



BUAP

*Instituto de Ciencias
Centro de Investigaciones en Dispositivos Semiconductores
Posgrado en Dispositivos Semiconductores*

Estudio de un sensor de microfluidos de alambre caliente con ZnO

*Tesis sometida como requisito para obtener el grado de
Maestro en Dispositivos Semiconductores*

Presentada por:

Marino Conde Guevara
217470710

Dirigida por:

D.C. Salvador Alcántara Iniesta
Director

D.C. Susana Soto Cruz
Codirector

D. C. Netzahualcoyotl Carlos Ramirez
Codirector Externo

©BUAP, Octubre 2019.
Todos los derechos reservados

AGRADECIMIENTOS

A la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, al Instituto de Ciencias de la Universidad Autónoma de Puebla (ICUAP) y al Posgrado en Dispositivos Semiconductores por permitirme realizar mis estudios de Posgrado.

Al D.C. Salvador Alcántara Iniesta, a quien debo todo mi agradecimiento por su tiempo dedicación y apoyo para la realización de este proyecto.

A la D.C. Susana Soto Cruz, por todo su apoyo, tiempo, consejos, comentarios y sugerencias acerca de este proyecto.

Al D. C. Netzahualcoyotl Carlos Ramírez, por haber formado parte de este proyecto, sus consejos y valiosas aportaciones.

A mis sinodales D. C. Héctor Juárez Santiesteban, D. C. María Josefina Robles Águila, D. C. Netzahualcoyotl Carlos Ramirez y D.C. Mauricio Pacio Castillo por sus consejos y observaciones, así como el tiempo dedicado a este proyecto.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por el soporte brindado para la realización de este proyecto por medio de la beca Núm. 626857.

Por último, pero no menos importante, a mi familia y amigos.

DEDICATORIAS

En primer lugar, a mis Padres Marino Conde Cortes y Olivia Guevara Romero por haberme dado la vida, a mis hermanos Miguel Conde Guevara y Eduardo Conde Guevara, a mis cuñadas Coral Ramirez e Ivette Cuautli. A mis sobrinos Chistopher, Karime y Uriel. Siempre me he maravillado por la linda familia que tengo, desde el momento que llegue a este mundo se preocuparon por mí, me han formado para la vida diaria, para las adversidades de cada día y lograr salir victorioso. Después de muchos años, sus consejos, preocupaciones, alegrías y tristezas han dado frutos.

A mi esposa Ana Karen Sánchez Hernández, tu ayuda a sido fundamental, has estado conmigo en los momentos más difíciles, pero estuviste motivándome y ayudándome hasta donde tus alcances lo permitían. Te agradezco mucho, amor y a toda su familia, que muy pronto formaremos...una sola.

Quiero Agradecerles por todo, no me alcanzan las palabras para expresar el orgullo y lo bien que me siento por tener una familia tan asombrosa.

Por último, pero no menos importante a mi padre celestial, el que me acompaña y siempre me levanta en mi continuo tropiezo, al creador de mis padres y de las personas que más quiero, Dios.
Gracias

CONTENIDO

RESUMEN.....	10
INTRODUCCIÓN	11
ANTECEDENTES.....	13
JUSTIFICACIÓN	14
CAPÍTULO I: MARCO TEÓRICO	15
1.1. SILICIO CRISTALINO.....	15
1.2. SILICIO COMO MATERIAL EN LA FABRICACIÓN DE MEMS.....	16
1.3. ÓXIDO DE ZINC (ZnO).....	17
1.3.1. CARACTERÍSTICAS DEL ZnO.....	18
1.3.2. PROPIEDADES ESTRUCTURALES DE ZnO	19
1.3.3. PELICULAS DELGADAS DE ZnO	20
1.4. SENSORES DE FLUJO BASADOS EN SILICIO MICROMAQUINADO	22
1.5. TIPOS DE SENSORES DE ALAMBRE CALIENTE	23
1.5.1. ANEMÓMETRO	24
1.5.2. SENSOR TIEMPO DE VUELO	25
1.5.3. SENSORES DE FLUJO CALORIMÉTRICOS	27
1.6. DISPOSITIVOS MICROELECTRÓMECANICOS (MEMS).....	29
1.7. RESISTENCIA ELÉCTRICA.....	31
1.8 LONGITUD Y SECCIÓN.....	32
1.8. RESISTIVIDAD.....	32
1.9. EL COEFICIENTE DE TEMPERATURA (TCR)	33
1.10. MEDIDAS DE RESISTENCIA	35
1.11. PUENTE WHEATSTONE.....	38
1.12. SPRAY PIROLISIS ULTRASÓNICO (USP)	41
1.13. FOTOLITOGRAFADO	43
1.16. FOTORRESINA	44
1.17 GRABADO DE SiO ₂	45
1.18 GRABADO HUMEDO	45
1.19 GRABADO HÚMEDO AL SUSTRATO DE SILICIO	45
OBJETIVOS.....	47
OBJETIVO GENERAL	47

OBJETIVOS ESPECÍFICOS	47
CAPITULO II: METODOLOGÍA.....	48
2.1 DIAGRAMA GENERAL DE FABRICACIÓN DEL SENSOR DE MICROFLUIDO.....	48
2.2 ETAPAS A SEGUIR DEL SENSOR	48
2.3 REACTIVOS.....	50
2.4. EQUIPOS.....	50
<i>2.4.1 EQUIPO DE SPRAY PIRÓLISIS.....</i>	<i>50</i>
<i>2.4.2 EQUIPO DE LITOGRAFÍA</i>	<i>51</i>
<i>2.4.3 EQUIPO DE MICROMAQUINADO</i>	<i>52</i>
<i>2.4.4 EQUIPOS DE FUENTE ALIMENTACION Y MEDICION</i>	<i>53</i>
2.5 OBTENCIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE ZNO	54
2.6 DISEÑO DE MASCARILLAS	55
<i>2.6.1 DISEÑO DE PATRONES GEOMÉTRICOS E IMPRESIÓN EN PAPEL DE ACETATO TRANSPARENTE</i>	<i>55</i>
<i>2.6.2 ECUACIONES</i>	<i>59</i>
2.7 PROCESO TECNOLÓGICO.....	61
<i>2.7.1 PROCESO DE LITOGRAFÍA Y MICROGRABADO DEL SENSOR DE MICROFLUIDO</i>	<i>61</i>
<i>2.7.2 PROCESO DE ENCAPSULADO DEL SENSOR DE MICROFLUIDOS.....</i>	<i>67</i>
2.8 ELABORACIÓN DE SISTEMA DE MEDICIÓN DEL SENSOR DE MICROFLUIDOS.....	69
CAPITULO III: RESULTADOS	72
3.1 RESISTENCIA DE ZnO	72
3.2 FOTOLITOGRAFADO.....	74
3.3 MICROMAQUINADO	74
3.4 ENCAPSULADO DEL SENSOR.....	75
3.5 RESISTENCIA OBTENIDA	76
3.6 RESPUESTA DEL SENSOR.....	78
CAPITULO IV: CONCLUSIONES.....	90
REFERENCIAS.....	91

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. 1. Estructura cristalina de Silicio (a), disposición de los átomos de silicio en una celda unitaria (b).....	16
Figura 1. 2. Estructura hexagonal tipo wurzita de ZnO.....	17
Figura 1. 3. Patrón de difracción de rayos X de películas de ZnO a diferentes concentraciones (Lab. Rayos X del CIDS).....	19
Figura 1. 4. Fotografía de un depósito de ZnO sobre Si, visto por microscopio óptico.....	21
Figura 1. 5. Variación de la resistividad con respecto al espesor	22
Figura 1. 6. Escalas de longitud y escala de volumen de dispositivos microfluidicos	23
Figura 1. 7. Sensor de flujo anemométrico.....	24
Figura 1. 8. La potencia generada en el heater para distintos valores de caudal (Modo de temperatura constante CT).....	25
Figura 1. 9. Sensor de flujo tiempo de vuelo.....	26
Figura 1. 10. Sensor de flujo basado en principio calorimétrico	27
Figura 1. 11. Señal de salida del sensor de flujo empleando agua como líquido. Con una canal de 1000 μ m x 500 μ m y una distancia de los sensores de temperatura al heater de 1000 μ m (Lammerink 1993).	28
Figura 1. 12. Respuesta de sensores de flujo calorimétricos.	29
Figura 1. 13. Sensor de microfluidos. Tomada de Wang et al., Symposium on Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS 2008.....	31
Figura 1. 14. Esquema de transducción por cambio de resistencia al paso del flujo.....	33
Figura 1. 15. Medición de una resistencia con un óhmetro.	36
Figura 1. 16. Medición de una resistencia con un óhmetro.	37
Figura 1. 17. Medida de resistencia de cuatro hilos.....	37
Figura 1. 18. Puente de Wheatstone	39
Figura 1. 19. Tensión de salida del puente de Wheatstone.....	40
Figura 1. 20. Sistema de spray pirolisis Ultrasónico.	42

Figura 1. 21. Esquema de un proceso de litografía óptica.	44
Figura 1. 22. Ejemplos de un: a) Grabado anisotrópico de una oblea de silicio (100) y b) Grabado anisotrópico de una oblea de silicio (110).	46
Figura 1. 23. Perspectiva de una oblea de silicio { 100} atacada por KOH.	46
Figura 1. 24. Ejemplo del resultado de un grabado isotrópico.	46
Figura 2. 1. Proceso general para la fabricación del sensor de microfluido.	48
Figura 2. 2. Diagrama general de trabajo experimental en 4 etapas.	49
Figura 2. 3. Sistema de spray pirólisis ultrasonico.	51
Figura 2. 4. Sistema de fotolitografía.	52
Figura 2. 5. Equipo de micromaquinado KOH.	53
Figura 2. 6. Equipos fuente de alimentación.	53
Figura 2. 7. Equipos fuente de Medición.	54
Figura 2. 8. Geometría de alambre caliente (ZnO).	57
Figura 2. 9. Vista seccional del dispositivo.	58
Figura 2. 10. Mascarillas A y B para patrones del SiO ₂	60
Figura 2. 11. Mascarilla C para patrones de ZnO.	60
Figura 2. 12. Marca de alineación para proceso de fotolitografía.	60
Figura 2. 13. Mascarillas A, B y C. Vista de la parte superior de la oblea de silicio (área café=SiO ₂ área negra=ZnO, área amarilla=marca de alineación.)	61
Figura 2. 14. Placas de acrílico con cavidades en cara A y cara B.	68
Figura 2. 15. Sensor de microfluido en medio de 2 placas de acrílico.	68
Figura 2. 16. Conexión de alambres de cobre con el sensor de microfluidos.	68
Figura 2. 17. Etapas del sistema de medición.	69
Figura 2. 18. Sistema de ajuste (puente Wheatstone).	70
Figura 2. 19. Sistema de ajuste con amplificador de instrumentación AD620.	71
Figura 2. 20. Ensamble del circuito eléctrico en una caja de metal.	71

Figura 3. 1. Simulación del sensor de alambre caliente (color amarillo= ZnO y color rojo= SiO ₂).....	73
Figura 3. 2. Grafica de correlación entre espesor depositado de ZnO y Resistencia.....	73
Figura 3. 3. Procesos de fotolitografía y grabado para SiO ₂ y ZnO.....	74
Figura 3. 4. Orientaciones cristalografías de Si obtenidos con el método de micromaquinado empleando solución KOH.....	75
Figura 3. 5. Proceso de encapsulado para el sensor de microfluidos.....	76
Figura 3. 6. Resistencia del sensor a diferentes valores de corriente.....	77
Figura 3. 7. Sistema de microfluidos.	78
Figura 3. 8. línea azul respuesta al impulso abrupto de 5ml en 319.3 μ s alcanzando una velocidad de 15.65 LPM la línea roja indica la respuesta amplificada 10 veces.	80
Figura 3. 9. Respuesta de un impulso de 5ml de aire en el sistema de microfluidos.	81
Figura 3. 10. Motor de diafragma con el sistema de microfluidos.	82
Figura 3. 11. Respuesta de paso de fluido de 0 a 4.8mLPM en 8.5 segundos. Variación del paso de fluido de con un voltaje diferencial 22.87 mV.....	83
Figura 3. 12. Muestra la respuesta amplificada del flujo de 0 a 4.8ml/min con un voltaje diferencial de 1.24 Volts.	83
Figura 3. 13. Muestra la pendiente que se obtiene al paso de flujo de 0 a 4.8mLPM.	84
Figura 3. 14. Razón de cambio de 22.87mV con una sensibilidad de 64.26mV/s	85
Figura 3. 15. Amplificación de 50 veces el valor original dando un voltaje diferencial de 1.1435 V.....	85
Figura 3. 16. Pendiente de 64.26mV/s.....	86
Figura 3. 17. Respuesta del sensor en un flujo a 1.92ml/min. razón de cambio de 5mV con una sensibilidad de 64.26mV/s.....	87
Figura 3. 18. Amplificación de 50 veces el valor original dando un voltaje diferencial de 250 mV.....	87
Figura 3. 19. Muestra una pendiente de 14.05mV/s.....	88

Figura 3. 20. Comparación de la sensibilidad de fluido que pasa a través del sensor de alambre caliente.	88
--	----

LISTA DE TABLAS

Tabla 1.1. Comparación de las propiedades mecánicas del Silicio con distintos materiales conductores.	16
Tabla 1. 2. Resistividad para diferentes materiales a 20 °C.	33
Tabla 1. 3. Coeficiente de temperatura α ($^{\circ}\text{C}^{-1}$) para diferentes materiales.	34
Tabla 1. 4. Condiciones de operación del sistema spray-pirolisis para depositos de ZnO.	42
TABLA 2. 1. Reactivos utilizados en la parte experimental.	50
TABLA 2. 2. Parámetros experimentales para la obtención de películas delgadas de ZnO.	54
TABLA 2. 3. Parámetros de la película de ZnO como alambre caliente y sus dimensiones.	56
TABLA 2. 4. Condiciones para el micromaquinado.	58
Tabla 3. 1. Características de la película de ZnO.	72
Tabla 3. 2. Valor de la pendiente en la medición de voltaje con diferentes valores de corriente.	77
Tabla 3. 3. Valor de la pendiente de la respuesta de impulso abrupto.	81
Tabla 3. 4. Se muestran los resultados obtenidos del sensor de alambre caliente.	89

RESUMEN

El estudio de un Sensor de microfluidos tipo Alambre caliente de ZnO, depositado con la técnica de Spray Pirolisis ultrasónico en sustrato de Silicio como es de gran interés por sus aplicaciones, así como la simplicidad de este sensor. El uso del humidificador ultrasónico permite obtener películas con mayor control y calidad, en comparación con otras técnicas de roció [1]. A las películas de ZnO obtenidas con esta técnica se les encontró su Coeficiente de Temperatura Resistiva (CTR); en este trabajo se describe la técnica de depósito de la película delgada, la forma de comprobación para el CTR, la elaboración de una microestructura de Silicio con tecnología Micro-Electromecánicos (MEMS) y se presentan algunos de los resultados de estas películas de ZnO como resistencia variable con el flujo de aire. El propósito de este sensor es para su aplicación en la detección de microfluidos gaseosos.

Palabras calve: ZnO, Spray pirolisis ultrasónico, Microfluidos, MEMS.

INTRODUCCIÓN

La primera década del siglo XXI ha sido denominada por algunos como la “Década de los Sensores”. Con un incremento considerable en los sensores y sus aplicaciones desde hace 15 años aproximadamente, de cierta forma, estos dispositivos están al borde de una revolución similar a la experimentada por las microcomputadoras en los 80’s. Solo en los automóviles las necesidades de sensado han crecido a pasos agigantados y las tecnologías de sensado usadas son tan variadas como las aplicaciones. Enormes avances han sido desarrollados y muchos más están en el horizonte. Entender el diseño y operación de un sensor frecuentemente requiere de una formación multidisciplinaria, abarcando campos como lo son la ingeniería mecánica, la ingeniería eléctrica, la física, la química, la biología, etc.; ya que las últimas tecnologías en sensores abarcan desde los piezomateriales hasta los micros y los nanosensores. Para el propósito de este trabajo, se considera un sensor como un dispositivo capaz de detectar variaciones en una magnitud física y convertirlas en señales eléctricas, con una sensibilidad específica, para un sistema de medida o control; donde dicha magnitud puede ser, por ejemplo: temperatura, distancia, aceleración, presión, fuerza, humedad, pH, etc. Como tal, un sensor representa la interfaz entre el mundo físico y el mundo de los dispositivos eléctricos, tales como las computadoras.

Con el propósito de acoplarse a la tecnología de microelectrónica, y lograr una producción en grandes volúmenes, diversos investigadores proponen el uso de las técnicas de micro fabricación de circuitos integrados y micromaquinado basadas en silicio, para el desarrollo de sensores y actuadores. Esta propuesta se basa en las excelentes propiedades eléctricas y mecánicas del silicio, estudiadas desde hace años. Así surgen los Sistemas Micro Electromecánicos (MEMS), los cuales son la integración de elementos mecánicos y componentes electrónicos, que actúan como sensores y/o actuadores, sobre un sustrato de silicio simple o cualquier otro material compatible con las técnicas de micro fabricación [2].

Es conocido que en el empleo y control de pequeños volúmenes (líquidos o gaseosos) es necesario el estudio multidisciplinario de los principios físicos como: Micro fabricación, Química, Biología, Física, Ciencia de materiales, Mecánica, Modelos numéricos, Sistemas de control y dispositivos micro electromecánicos (MEMS). La detección de microfluidos tiene una amplia gama de aplicaciones como la medicina, la biotecnología y la genómica, entre otras, debido a que es posible

la manipulación celular y la detección de pequeñas cantidades de sustancia y el control de volúmenes pequeñísimos (del orden de microlitros o menos)[2].

Uno de los principales contribuyentes a esta especificidad de microfluidos es la integración de sensores. Los sensores utilizados en cada plataforma deben ser altamente específicos para un solo compuesto, o un rango de ellos, y están optimizados para un conjunto dado de temperatura, muestreo, condiciones de flujo, por lo tanto, a menudo se limitan en la aplicación. Es por ello que la estrategia aplicada para la integración del sensor en una plataforma microfluídica depende de la muestra detectada, el tipo de sensor y los materiales que forman el sensor y la plataforma. La integración del circuito sensor se puede realizar mediante la fabricación del sensor con la estructura microfluídica o encerrando únicamente la microestructura del sensor en el ducto de microfluidos. Mientras que el primero generalmente implica una integración permanente del (los) sensor (es), este último puede diseñarse para un formato de sensor intercambiable, más flexible y versátil.

El primer enfoque se aplica generalmente para sustratos de silicio y vidrio que utilizan tecnologías de película delgada [3]. Los sensores se depositan en la superficie del canal utilizando tecnologías similares o compatibles con las utilizadas para la fabricación de microestructuras, de manera que la fabricación de ambas estructuras se puede realizar de forma simultánea o secuencial.[4].

El empleo de la litografía blanda (soft lithography) es una opción para los países en desarrollo. Generalizando, consiste en el empleo de un chip de silicio en el que sobresale el patrón al relieve con las características geométricas deseadas (realizado con técnicas usuales de la microfabricación en salas limpias -cleanrooms) o alternativamente empleando impresoras convencionales y transparencias que permitan transferir el diseño de los microcanales a un sustrato dado. Sobre él se vierte una capa de silicona, que al ser curada (cocinada en un horno, o ¡tal vez al sol!) se separa del chip, teniendo en una de sus caras el patrón en negativo. Se perforan agujeros para permitir la conexión de tubos.

Luego, esta cara se puede cubrir con vidrio u otro material. Otra interesante posibilidad es el uso de papel convencional para aplicaciones fundamentalmente orientadas a países en desarrollo.xxxxx

ANTECEDENTES

En el empleo y control de pequeños volúmenes (líquidos o gaseosos) es necesario el estudio multidisciplinario de los principios físicos como: Química, Biología, Física, entre otros. El avance fundamental en los microfluidos fue en lo tocante al desarrollo de micro válvulas, microsensores y micro bombas. La dificultad existente al intentar controlar pequeñas cantidades de fluidos ha impulsado el desarrollo de métodos novedosos de bombeo y sensado de microfluidos. En el diseño y fabricación de los dispositivos de microfluidos se ha dado mayor importancia a la simplicidad por encima de la complejidad, y otro tanto a la funcionalidad sobre la miniaturización.

Gran parte del reto que representa la microfluídica ha sido el desarrollo de sensores capaces de registrar las magnitudes sin afectar sustancialmente el flujo o sistema. Es necesario señalar que la energía y momento de estos flujos es muy baja y por tanto la interacción flujo/sensor debe mantenerse lo más baja posible. En muchos casos hay que controlar la cantidad de sustancia que se va a introducir en un sistema para la liberación controlada del medicamento, o en el caso de compuestos para reacciones químicas complejas o peligrosas y se preparan entonces emulsiones y soluciones similares. El manejo de microfluidos ha logrado avances significativos, y varias aplicaciones de científicas han desarrollado dispositivos para este fin [5].

JUSTIFICACIÓN

El estudio de los microfluidos es un campo multidisciplinar que comprende partes de la Física, la Química, la Ingeniería y la Biotecnología. Estudia el comportamiento de los fluidos en la microescala y la mesoescala. También comprende el diseño de sistemas en los que diminutas cantidades de fluido serán utilizadas [6].

Los avances en tecnología microfluídica, están revolucionando la biología molecular en los procedimientos de análisis enzimáticos, análisis de ADN y la proteómica. La idea básica de los microfluidos biochips es integrar las operaciones de ensayo, como la detección, así como muestra de pre-tratamiento y la preparación de la muestra en un chip [7].

Una nueva área de la aplicación de los biochips es la patología clínica, sobre todo el inmediato punto de atención de diagnóstico de enfermedades. Además, la microfluídica basada en dispositivos, son capaces de un muestreo continuo y en tiempo real de las pruebas de muestras de aire/agua para los análisis bioquímicos de toxinas y otros patógenos peligrosos.

El ZnO posee importantes propiedades, piezoeléctricas que se refiere al efecto descrito por Jacques y Pierre Curie en el que describen la generación de corriente eléctrica cuando se le aplica un estrés mecánico a un material [8]. Además, tiene una fuerte propiedad piroeléctrica, definida como la capacidad de algunos materiales cristalinos para generar una corriente eléctrica en respuesta a un cambio de temperatura a distancia.

Aunado en lo anterior, el ZnO tiene una alta energía de enlace de excitones, 60 meV, una brecha energética (band-gap) a temperatura ambiente de 3.37 eV y es transparente en la región visible. El ZnO es más estable químicamente que muchos otros materiales y es capaz de operar a muy altas temperaturas. Otra habilidad del ZnO es que puede operar en ambientes más difíciles, es resistente a la radiación y es biocompatible. Posee una combinación atractiva de propiedades ópticas, piezoeléctricas, piroeléctricas, sensoriales, y magnéticas, además de algunas otras propiedades relacionadas con su estructura que se confieren una estabilidad térmica y química [9].

CAPÍTULO I: MARCO TEÓRICO

1.1.SILICIO CRISTALINO

El silicio es uno de los elementos químicos cuyo símbolo es "Si" y que se encuentra en la tabla periódica en el grupo 14 o IV A. Por su abundancia ($2,57 \times 10^5$ p.p.m.) es el segundo elemento que más se encuentra en la corteza terrestre después del oxígeno ($4,95 \times 10^5$ p.p.m.). Este material compone alrededor del 20% de la corteza terrestre. Forma parte, en la tabla periódica, de la familia del carbono, pero, a diferencia de éste, no se lo encuentra en la naturaleza en estado puro sino, generalmente, combinado con oxígeno en su mayoría formando óxidos de Si (SiO_2 , dióxido de silicio) y silicatos. Pertenece al grupo de los hermosos cristales de roca (roca cristalina), cuarzo lechoso, amatistas (rocas azules debido al magnesio), cuarzo rosado (color debido a la presencia de pequeñas cantidades de titanio) y cuarzo ahumado (orgánico). Ocasionalmente, cristales de tridymite y cristobalita, que son modificaciones de los silicatos a muy altas temperatura, pueden encontrarse en depósitos volcánico[10]. El SiO_2 abunda en distintas formas como el cuarzo, ágata, jaspe, carnelia, ópalo y pedernal. La arena es en gran parte dióxido de silicio y la mayoría de las rocas corrientes, salvo calizas o dolomitas, contienen silicio[11].

El silicio cristaliza con el mismo patrón que el diamante, en una estructura que Ashcroft y Mermin llaman celosías primitivas, "dos cubos interpenetrados de cara centrada". Las líneas entre los átomos de silicio en la red indican los enlaces con los vecinos más próximos (Figura 1.1.). El lado del cubo de silicio es 0,543 nm. El germanio tiene la misma estructura del diamante, con una dimensión de celda de 0,566 nm[12].

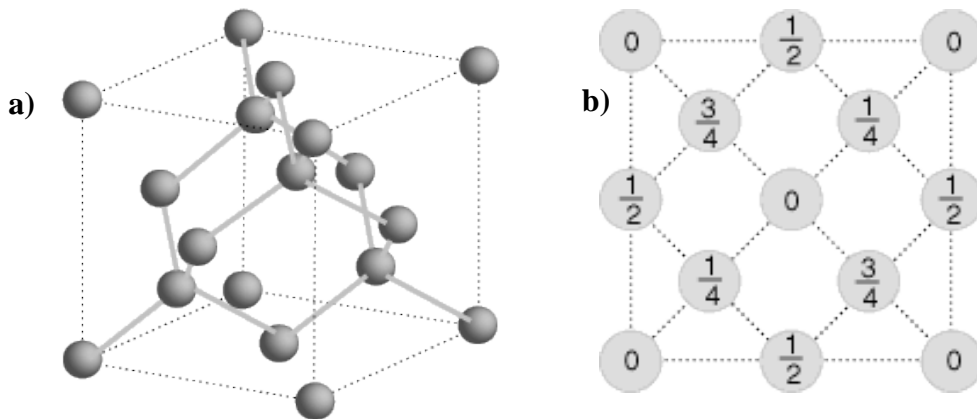


Figura 1. 1. Estructura cristalina de Silicio (a), disposición de los átomos de silicio en una celda unitaria (b).

1.2.SILICIO COMO MATERIAL EN LA FABRICACIÓN DE MEMS

Las excelentes propiedades mecánicas del silicio hacen que sea un material óptimo para ser utilizado como capa estructural de un micro o nano sistema. Además, el silicio es el material base en la tecnología CMOS, facilita la compatibilización con los circuitos electrónicos. En la fabricación MEMS otros materiales típicamente empleados son los vidrios, cuarzo, cerámicas, nitruro y carburo de silicio, metales y otros materiales en casos de aplicaciones específicas [13].

La tabla 1.1. muestra las propiedades mecánicas del silicio comparadas con otros materiales que también pueden utilizarse como bases estructurales, en concreto se compara con diversos metales, conviene destacar el alto módulo de Young del silicio es próximo al acero inoxidable. Es importante considerar que algunas propiedades mecánicas de los materiales varían en función de las dimensiones de este, en concreto el módulo de Young puede variar con respecto a las dimensiones ya sean macroscópicos y microscópicos.

Tabla 1.1. Comparación de las propiedades mecánicas del Silicio con distintos materiales conductores.

Propiedad mecánica	Silicio	Otros materiales		
		Acero inoxidable	Aluminio	Hierro
Coefficiente de expansión térmica (/°C)	2.33e-6	17.3e-6	25e-6	12e-6
Densidad (g/cm ³)	2.3	7.9	2.7	7.8
Módulo de Young (GPa)	190	200	70	196
Dureza (Kg/cm ²)	850	660	130	400

1.3. ÓXIDO DE ZINC (ZnO)

El Óxido de Zinc es un compuesto inorgánico semiconductor que pertenece a la familia II-VI. Cuenta con una energía de banda prohibida directa de 3.37 eV, esta propiedad lo hace transparente a la luz visible, opera en longitudes de onda entre el azul y el UV. La energía de enlace para este compuesto es de ~ 60 meV, la cual es alta comparada con el GaN, la cual es de ~ 25 meV, esta alta energía de enlace resalta la eficiencia en la emisión de luz. A temperatura ambiente el ZnO presenta una movilidad de ~ 200 cm^2V^{-1} y una alta velocidad de saturación [14].

El ZnO a temperatura ambiente presenta regularmente una estructura tipo wurzita, que tiene una celda unitaria hexagonal, pertenece a un espacio de grupo P63mc, en esta fase enlaces tetragonales son formados por la interconexión de dos subestructuras de Zn^{2+} y O^{2-} , el átomo de Zinc es rodeado por 4 átomos de oxígeno y viceversa, este acomodo es típico de los enlaces covalentes sp^3 . El acoplamiento tetraédrico en este enlace da lugar a una simetría polar a lo largo del eje hexagonal. Debido a la diferencia de las electronegatividades del Zinc y del Oxígeno, con 1.65 y 3.44 respectivamente, se presenta una alta ionicidad en los enlaces entre el Zn y el O (Figura 1.2.). Este compuesto también puede presentar estructuras cubica zinblende y rocksalt.

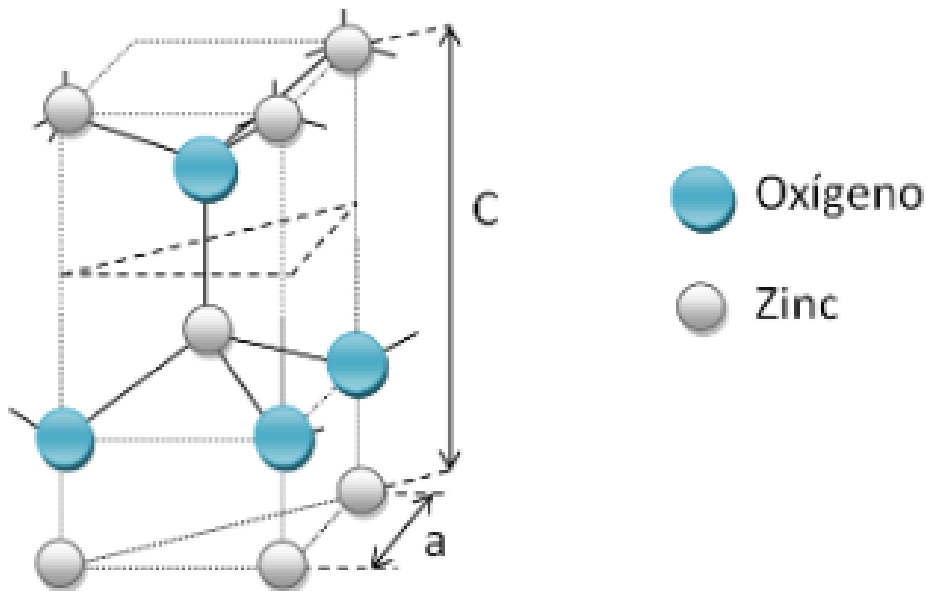


Figura 1. 2. Estructura hexagonal tipo wurzita de ZnO.

Los cristales de ZnO son conocidos por su carácter piezoeléctrico con un gran factor de acoplamiento electromecánico y su baja constante dieléctrica, estas propiedades piezoeléctricas se emplean para hacer transductores ultrasónicos en regiones de alta frecuencia.

El óxido de zinc inició su investigación en 1992 con el inicio de la era de los semiconductores después de la invención del transistor, se realizaron investigaciones sistemáticas de la ZnO como un semiconductor compuesto. En 1960, se descubrieron las buenas propiedades piezoeléctricas del óxido de zinc, lo que llevó a la primera aplicación electrónica de óxido de zinc como una capa delgada para dispositivos de ondas acústicas de superficie [14].

Actualmente, las investigaciones sobre el óxido de zinc como material semiconductor experimentan un renacimiento después de los intensos períodos de investigación en los años cincuenta y setenta. Los resultados de estas actividades anteriores se resumieron en las revisiones de Heiland, Mollwo y Stöckmann (1959), Hirschwald (1981) y Klingshirn y Haug (1981). Desde aproximadamente 1990, se produjo un aumento enorme en el número de publicaciones en ZnO y se han publicado revisiones más recientes sobre ZnO.

El interés renovado en la ZnO como material optoelectrónico se ha desencadenado por informes sobre la conductividad de tipo p, las propiedades ferromagnéticas diluidas, los transistores de efecto de campo de óxido de película delgada y el progreso considerable en la fabricación de nanoestructuras.

1.3.1. CARACTERÍSTICAS DEL ZnO

Las propiedades químicas, estructurales, ópticas, eléctricas y de interfaz del óxido de zinc se resumen con un énfasis especial en el uso de ZnO como película delgada [15]. Esta aplicación tiene una serie de requisitos que ZnO debe cumplir:

- Alta transparencia en la región espectral visible e infrarroja cercana.
- Posibilidad de preparar películas altamente dopadas con densidad de electrones libres $n > 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ y baja resistividad ($< 10^{-3} \Omega \text{ cm}$).
- Buenos contactos con los semiconductores activos (capas absorbentes).

- Posibilidad de preparar las capas de TCO en áreas grandes ($> 1 \text{ m}^2$) mediante métodos de deposición como pulverización catódica con magnetrón o deposición química de vapor de metal orgánico (MOCVD)
- Posibilidad de preparar películas de ZnO con propiedades adecuadas a baja temperatura del sustrato ($< 200 \text{ }^\circ\text{C}$ para células solares Cu (In, Ga) (S, Se)₂)
- Posibilidad de preparación de superficies adaptadas con propiedades adecuadas de dispersión de la luz para atrapar la luz, lo que es particularmente importante para las células solares de película delgada de Si.
- Bajos costos de materiales, no toxicidad y abundancia en la corteza terrestre.

1.3.2. PROPIEDADES ESTRUCTURALES DE ZnO

La figura 1.3 muestra los patrones de difracción de rayos X de las películas de ZnO obtenidas por Spray Pirolisis Ultrasonico (SPU) al variar la concentración molar. Se puede observar que las películas son policristalinas en todos los casos y se ajustan bien a una estructura hexagonal de tipo wurtzita; apreciando los picos de difracción asociados a los planos (110), (002), (101), (102), (110), (103) y (112) para todas las temperaturas de sustrato, siendo la orientación preferencial la (002). El resto de los picos se mantienen a una intensidad casi constante para todas las temperaturas de depósito

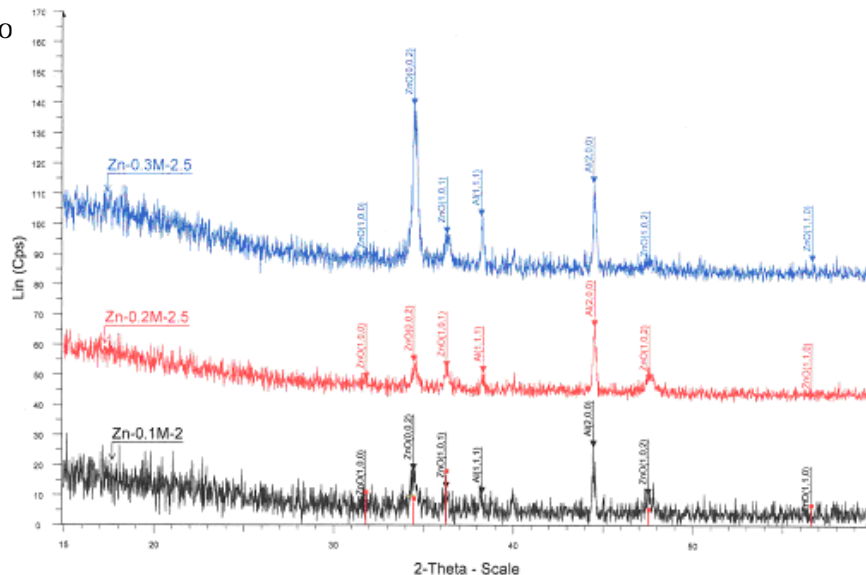


Figura 1. 3. Patrón de difracción de rayos X de películas de ZnO a diferentes concentraciones (Lab. Rayos X del CIDS).

1.3.3. PELICULAS DELGADAS DE ZnO

Una película delgada es una capa de material que va desde fracciones de un nanómetro hasta varios micrómetros de espesor. Los dispositivos electrónicos semiconductores y recubrimientos ópticos son las principales aplicaciones que se benefician de la construcción de capa fina.

Las películas semiconductoras de óxidos metálicos son consideradas como buenas películas conductoras y transparentes y son aplicadas en la conversión fotovoltaica, así como en otros dispositivos electrónicos, gracias a sus propiedades eléctricas y ópticas. El óxido de zinc es uno de los óxidos metálicos semiconductores más utilizados en dichos dispositivos. Las películas delgadas de óxido de zinc muestran una baja resistividad y una alta transmitancia en el espectro visible.

Estas películas pueden ser depositadas por diversas técnicas como pulverización catódica, evaporación en vacío, depósito químico en fase vapor, sol-gel y rocío químico.[16] Esta última es la utilizada en el presente trabajo ya que presenta las ventajas de ser de fácil manejo, de bajo costo y de gran adaptabilidad a procesos industriales, además de proporcionar excelentes resultados en las propiedades de películas delgadas. En la técnica de rocío químico, la solución iónica de los compuestos que contienen a los precursores del óxido de zinc es arrastrada por el gas portador hasta una boquilla, donde es rociada en gotas muy pequeñas sobre el substrato, el cual está caliente, provocándose la evaporación del solvente y una reacción de las sales. La calidad y tipo de crecimiento de las películas dependerán de la temperatura y tipo de substrato, de los flujos de la solución y del gas portador de las sales [17].

Las películas delgadas de ZnO (Figura 1.4.) obtenidas por la técnica de pulverización magnetronica, la deposición química de vapor, la deposición por láser pulsado, la epitaxia de haz molecular, spray pirólisis y la deposición química (electro), conducen a mejores películas de ZnO con respecto a una alta conductividad y transparencia. Los dos primeros métodos también permiten depósitos en grandes áreas, lo que los convierte en las técnicas de deposición más avanzadas industrialmente para ZnO [1].

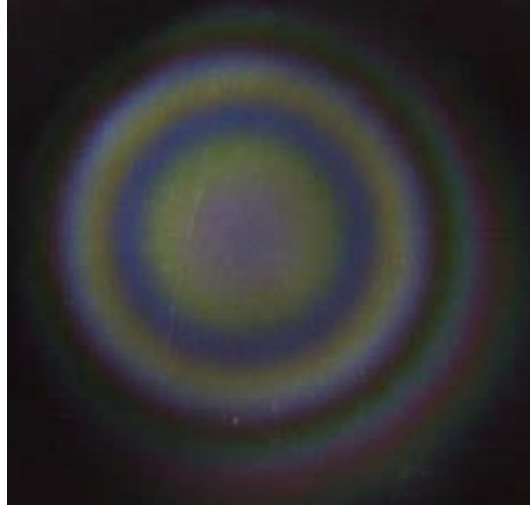


Figura 1. 4. Fotografía de un depósito de ZnO sobre Si por medio de SPU, visto por microscopio óptico.

Las películas delgadas son estructuras sólidas, tan delgadas que se pueden despreciar muchos defectos físicos en su volumen como la inercia o la masa térmica y donde predominan efectos como la viscosidad o la electroestática. [18] Son importantes porque permiten ahorrar energía, son muy compactos, ligeros y debido a que se desprecia una dimensión son más fáciles de caracterizar físicamente. Son usados en la industria óptica (para revestimientos reflectantes, anti-reflejo o de vidrio de auto-limpieza, por ejemplo), electrónica (capas de aislantes, semiconductores y conductores que forman circuitos integrados), envases (películas de aluminio recubierto), etc.

En sistemas de control y procesos donde la temperatura puede cambiar rápidamente se necesitan sensores de temperatura y elementos caloríficos que tengan un comportamiento lineal, una alta sensibilidad y con poca masa para que tengan una respuesta rápida y precisa.[19] Los metales son los elementos más utilizados debido a su gran linealidad para medir temperaturas, pero tienen la principal desventaja de que ofrecen una baja resistividad.

La resistividad en los metales varía con la temperatura, propiedad por la cual hay sensores de temperatura resistivos. Sin embargo, también tiene una alta correlación con la pureza del material y la perfección de la red cristalina y puede variar con la inclusión de impurezas en el material. Además, las estructuras en película delgada contienen más imperfecciones y tensiones internas por lo que generalmente poseen resistividades más elevadas que las estructuras en volumen. También hay tratamientos térmicos de recocido a altas temperaturas que pueden reducir el número de

imperfecciones, decrementando por ello la resistividad de estas películas delgadas. Por ejemplo En la figura 1.5 se observa la curva característica de la resistividad frente al espesor de película delgada para el níquel; puede observarse la tendencia que toma la curva donde para pequeños espesores la resistividad es elevada, pero a medida que se va aumentando este espesor la resistividad se va acercando a sus valores en volumen (3. Estado del arte 3.1 Introducción, n.d.).

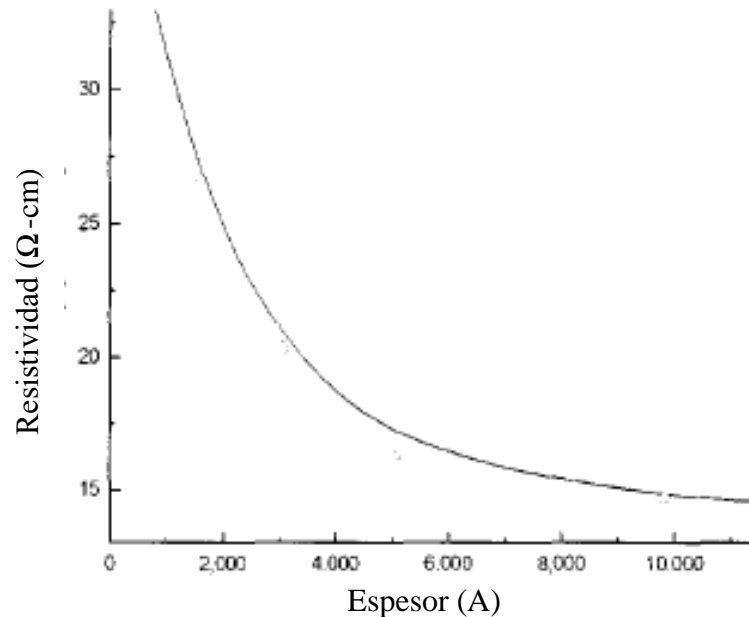


Figura 1. 5. Variación de la resistividad con respecto al espesor

1.4.SENSORES DE FLUJO BASADOS EN SILICIO MICROMAQUINADO

La medición de la velocidad de desplazamiento de los fluidos ha sido ampliamente estudiada por su aplicación en diferentes campos, desde la medición del flujo de líquidos y gases en procesos industriales hasta la optimización de la forma de las alas de las aeronaves.

Dentro del grupo de sensores para la medición de dicha variable se destacan los sensores de flujo de principio térmico. El empleo de técnicas de micromaquinado, típicas de los sistemas micro electromecánicos o MEMS, para obtener dichos sensores brinda ventajas para su miniaturización, disminución del tiempo de respuesta y aumento de la sensibilidad.

Los sensores de flujo micromaquinados tienen una gran utilidad en diversas aplicaciones que requieren monitoreo del flujo de gas o fluido, incluida la citometría de flujo, monitoreo ambiental

de sala limpia, viento, cromatografía de gases, tensión de corte de la pared, y mediciones de viscosidad. Estos sensores complementan tecnologías como canales microfluídicos, válvulas, bombas y calentadores que se ensamblan para crear los llamados dispositivos de laboratorio en un chip (LOC) o sistemas de análisis de micro total (μ TAS). Como tal, ha habido un gran interés en su desarrollo en la comunidad de sistemas micro electromecánicos (MEMS) desde el primer sensor de flujo térmico micromaquinado en 1974[20].

La figura 1.6 muestra los dispositivos de microfluidos por su longitud y por su escala de volumen en la cual los sensores de microfluído se encuentran desde fracciones de nanolitros hasta centenas de mililitros.

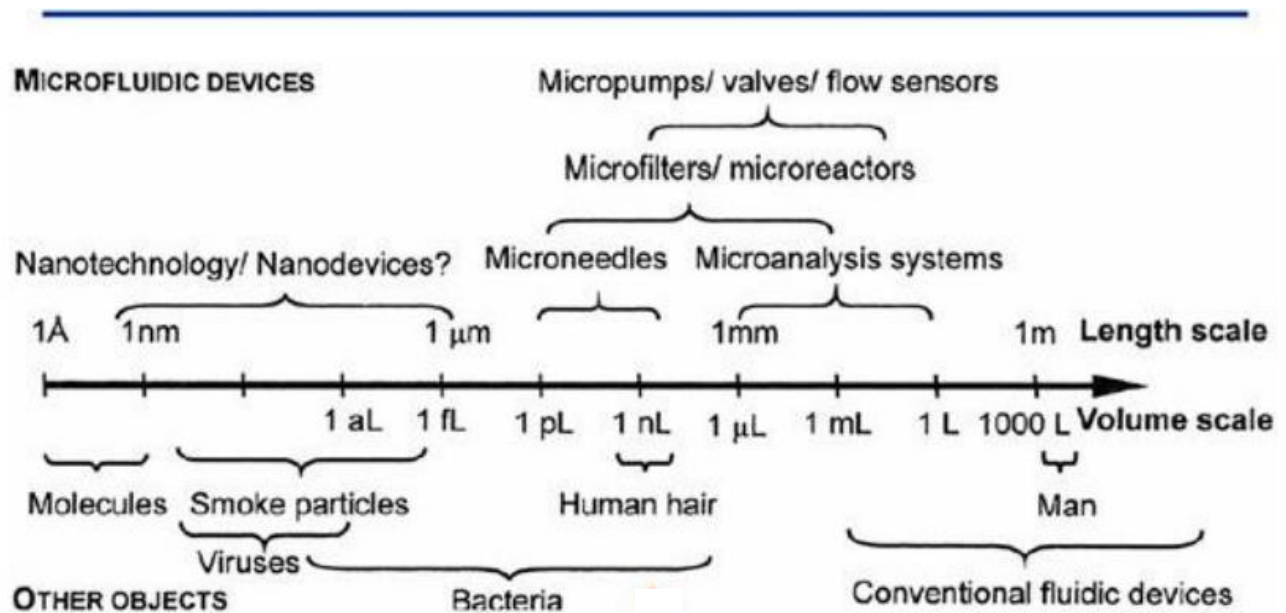


Figura 1. 6. Escalas de longitud y escala de volumen de dispositivos microfluidicos.

1.5.TIPOS DE SENSORES DE ALAMBRE CALIENTE

El sensor de flujo es un dispositivo que, instalado en línea con el canal, permite determinar el caudal que está circulando por dicho canal. Se caracteriza por medir caudales gracias al desplazamiento del perfil de temperatura causado alrededor del elemento calentador, de este modo puede ser usado para medir caudales muy pequeños.

El material usualmente utilizado en la elaboración de estos anemómetros son platino, níquel, Aluminio y/o algunas aleaciones de materiales conductores. Esto con el propósito de detectar pequeños cambios de resistencia al momento de hacer pasar un flujo de fluido.

Los sensores de flujo térmico pueden clasificarse en:

- Anemómetros
- Sensores en tiempo de vuelo
- Sensores de flujo calorimétricos

1.5.1. ANEMÓMETRO

Los sensores anemómetros consisten principalmente en un único elemento el cual es calentado mediante una corriente eléctrica y en función de la cantidad de flujo que circule por el sensor se producirá una variación de resistividad característica para ese microcaudal (Figura 1.7).

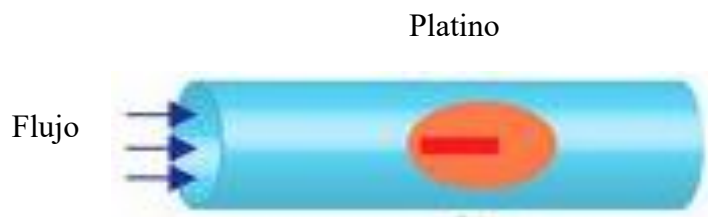


Figura 1. 7. Sensor de flujo anemométrico.

El anemómetro de alambre caliente se ha utilizado durante muchos años como herramienta de investigación en mecánica de fluidos. A pesar de la disponibilidad de sistemas de medición de velocidad no intrusivos (es decir, velocimetría Doppler láser multicomponente), todavía se aplica ampliamente, debido a las mejoras de la tecnología electrónica y al mayor interés en la descripción detallada de los campos de flujo turbulento. El anemómetro de alambre caliente sigue siendo el único instrumento que ofrece en la salida una representación verdaderamente analógica de la velocidad hasta fluctuaciones de altas frecuencias.

Estos tipos de sensores se caracterizan por disponer de un gran fondo de escala, lo que permite medir caudales relativamente elevados. Sin embargo, responden mal ante caudales pequeños, son

muy sensibles a la contaminación y necesitan ser calibrados cada cierto tiempo para evitar tomar falsas mediciones debido a la oxidación o ensuciamiento del calentador.

La figura 1.8 muestra como en este modo de funcionamiento se puede obtener un gran fondo de escala (500 $\mu\text{L}/\text{min}$). Sin embargo, para caudales menores de 100 $\mu\text{L}/\text{min}$ el sensor no es capaz de medir correctamente el caudal del fluido.

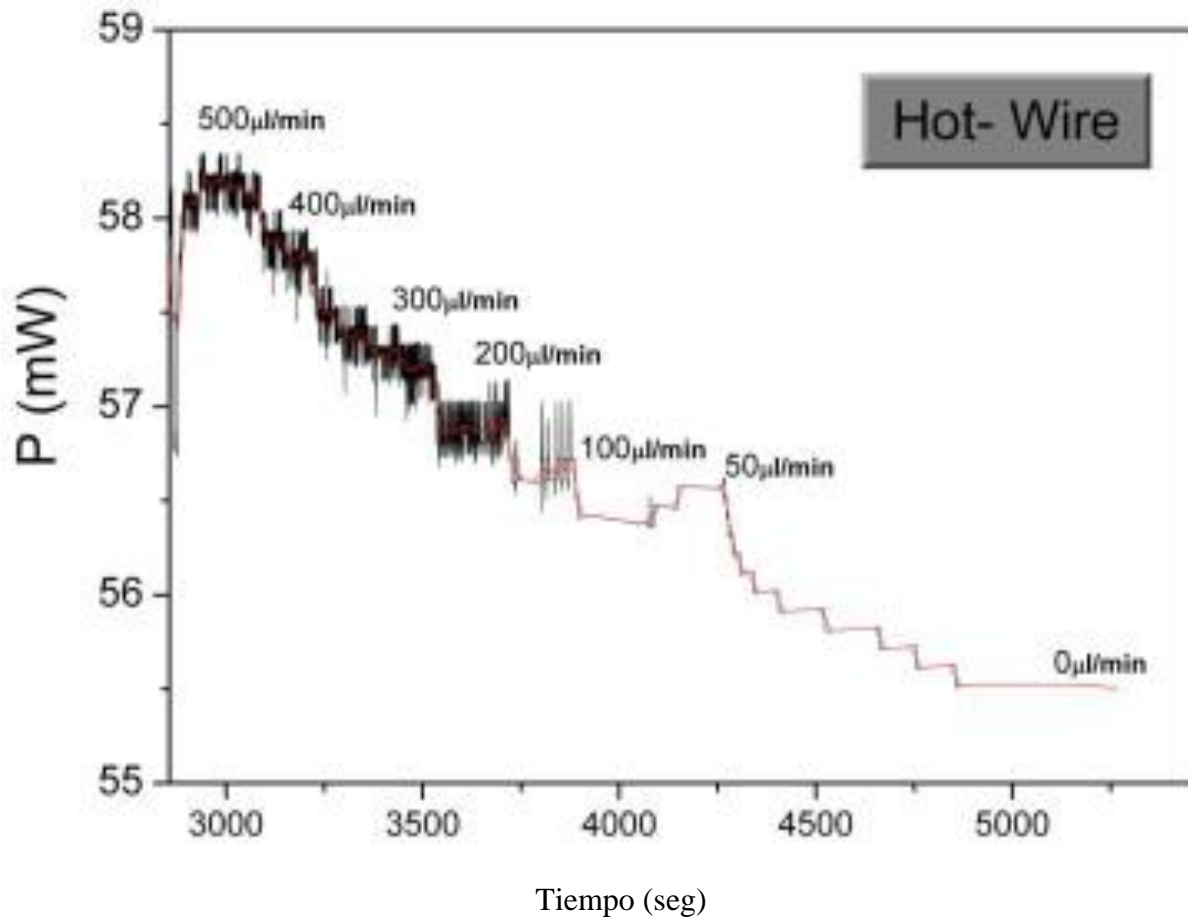


Figura 1. 8. La potencia generada en el calentador para distintos valores de caudal (Modo de temperatura constante CT).

1.5.2 SENSOR TIEMPO DE VUELO

En los sensores en tiempo de vuelo, (Figura 1.9.) el calentador está continuamente alimentado con una cierta cantidad de energía eléctrica. Este pulso de calor se realiza lejos del calentador y éste es

usado para medir el retardo de tiempo entre la fuente de calor y el detector de calor. Se necesitan dos elementos para utilizar esta configuración y un tercero si se desea conocer el sentido del flujo.



Figura 1. 9. Sensor de flujo tiempo de vuelo.

Este modo es menos sensible a los cambios en la temperatura ambiente que el modo anemómetro y el rango de medida del sensor puede ser seleccionado en función de la distancia entre la fuente de calor y el detector. A mayores distancias, se obtendrá un mayor fondo de escala. Aunque por motivos constructivos habrá una distancia límite donde el sensor se sature y no sea capaz de medir mayores caudales.

Aunque existen varios estudios sobre este tipo de sensores de caudal, no están tan desarrollados y no son tan utilizados en la actualidad como el anemómetro o el principio calorimétrico. Esto se debe a las buenas prestaciones que debe poseer el sensor de temperatura para que sea capaz de detectar los pequeños pulsos de calor que se generan, así como de la gran complejidad de tratamiento de señal que necesita comparado con otros tipos. Sin embargo, el método que se utiliza mucho en la actualidad es el principio calorimétrico. Este método se basa en transferir calor al fluido, lo cual se logra mediante convección, de modo que esta cantidad de calor es proporcional al caudal del fluido y medida por los sensores de temperatura (Figura 1.10).

La configuración estándar consta de tres elementos: un calentador y dos sensores de temperatura, uno situado aguas-arriba y otro aguas-abajo del calentador. Los sensores de temperatura suelen ser termorresistencias (RTD), que son metales con la característica de que su resistencia es función de la temperatura a la que esté expuesto.

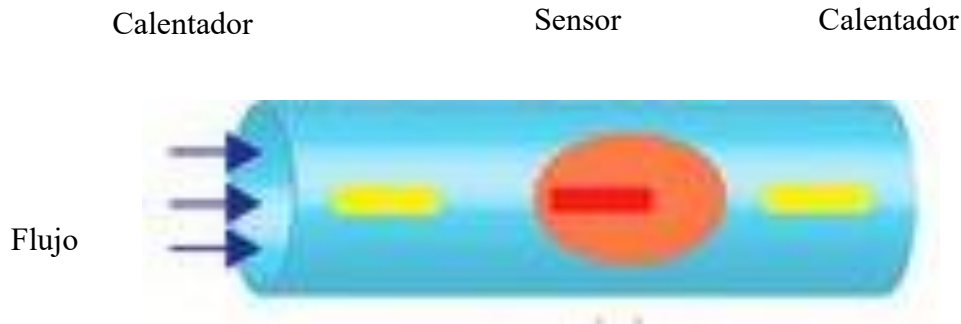


Figura 1. 10. Sensor de flujo basado en principio calorimétrico

El principio de funcionamiento de este tipo de sensores de flujo es el siguiente: el fluido entra en el sensor y atraviesa un canal aislado térmicamente del exterior donde en primer lugar se encuentra a su paso con la resistencia aguas-arriba (R_{UP}), posteriormente el calentador y por último la resistencia aguas-abajo (R_{DOWN}). Mediante transmisión de calor por convección se enfriará la resistencia aguas-arriba, disminuyendo su valor resistivo debido a que su temperatura decrecerá. Tras ello, el fluido se calentará debido a su exposición al calentador y calentará la resistencia aguas-abajo, incrementando su valor resistivo debido al incremento de temperatura. La medida del caudal del fluido se realizará mediante la diferencia de resistencia que habrá entre R_{down} y R_{up} , siendo esta diferencia mayor al aumentar el caudal del fluido.

1.5.3 SENSORES DE FLUJO CALORIMÉTRICOS

En el principio calorimétrico, donde las diferencias de temperatura de los dos sensores situados a cada lado del calentador son monitorizadas como una función del flujo, entregan datos con una alta precisión y reproducibilidad. Otra gran ventaja de este principio es que el efecto del calor por conducción desde o hacia el ambiente es básicamente cancelado al restar las señales de los dos elementos sensores, eliminando así posibles errores en la medición debido a las condiciones ambientales donde se utilice el sensor. Además, las fluctuaciones en la temperatura del calentador tienen un mínimo efecto en la medida final. Obviamente, para que todo esto sea cierto, los sensores de temperatura tienen que ser monitorizados ambos al mismo tiempo. Mediante la electrónica asociada al microsensor se podrá conocer el caudal que circule por el canal a través de la señal de salida del mismo. Esta señal será la diferencia resistiva entre las resistencias superior e inferior,

que serán alimentados a través de una intensidad continua constante e igual para las dos resistencias, transformando de este modo la señal de salida en valores de tensión mediante la Ley de Ohm $V = R * I$.

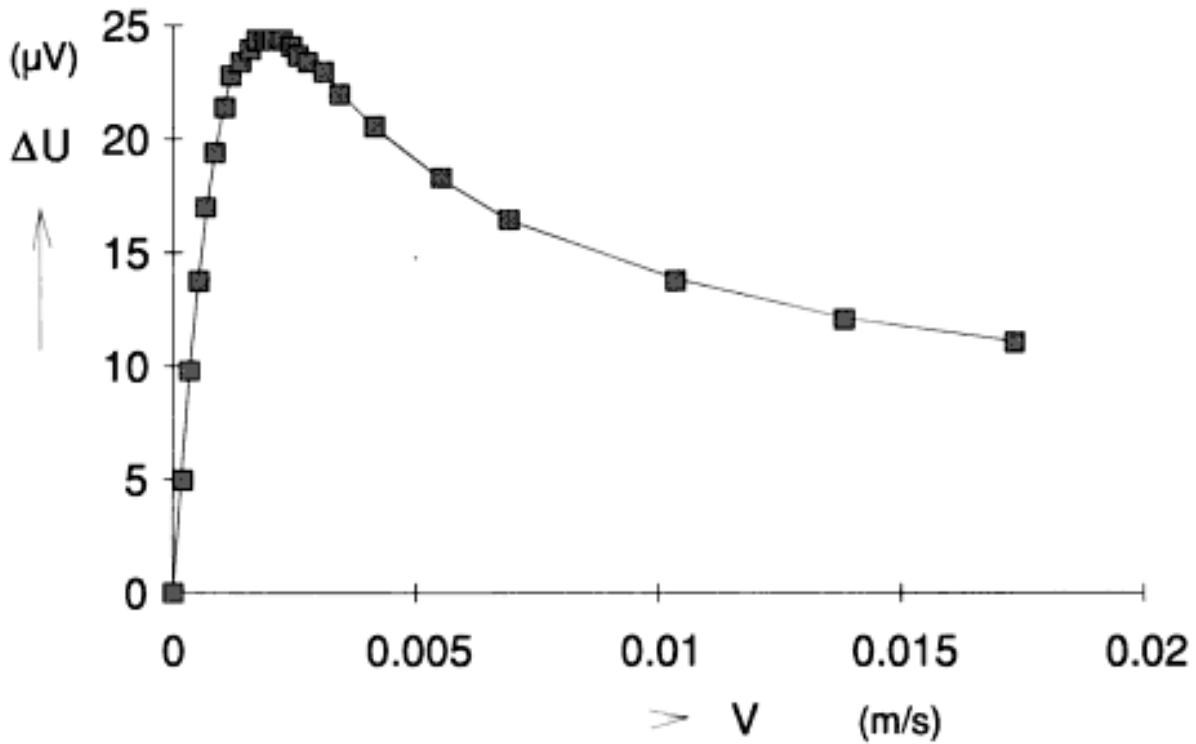


Figura 1. 11. Señal de salida del sensor de flujo empleando agua como líquido. Con una canal de $1000\mu m \times 500\mu m$ y una distancia de los sensores de temperatura al calentador de $1000\mu m$ (Lammerink 1993).

La respuesta que caracterizará el comportamiento de nuestro sensor será semejante a la Figura 1.11, donde se observan dos regiones bien diferenciadas. Una primera zona lineal que va desde caudales bajos hasta un caudal límite de saturación que representará el fondo de escala de nuestro sensor y otra zona que es para caudales mayores a este valor límite en el cual el sensor se satura y da una respuesta no lineal.

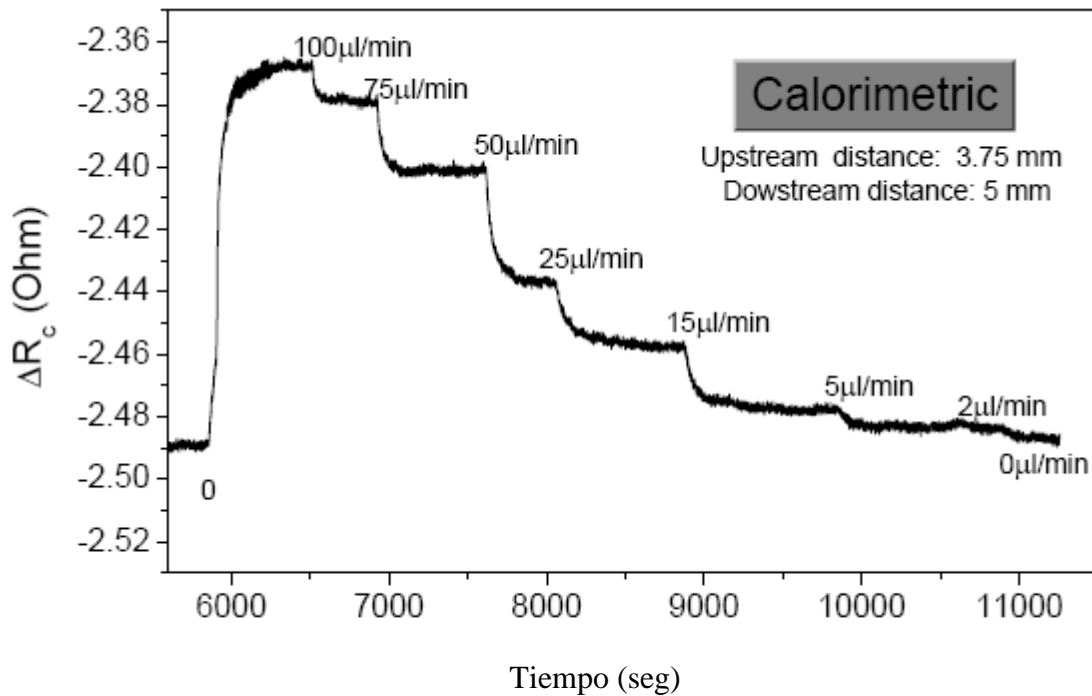


Figura 1. 12. Respuesta de sensores de flujo calorimétricos.

La Figura 1.12 muestra la correlación entre la respuesta del sensor, medido en variación de resistividad, y el caudal del fluido. A diferencia del sensor anemómetro (Figura 1.10), se observa que en este caso se pueden medir caudales que sean bastante pequeños (aprox. 5 $\mu\text{L}/\text{min}$), con una respuesta muy constante, pero con menor fondo de escala (aprox. 100 $\mu\text{L}/\text{min}$ frente a los 500 $\mu\text{L}/\text{min}$ que se pueden obtener en el modo anemómetro).

1.6. DISPOSITIVOS MICROELECTRÓMECANICOS (MEMS)

En pocas décadas, los MEMS han pasado de ser un ejercicio académico a una parte integral muy interesante de muchos productos comunes. Pero como ocurre con todas las nuevas tecnologías se necesita un tiempo para que la tecnología madure y logre hacerse espacio en el mercado.

Al principio esta tecnología se enfocaba desde un punto de vista multi-chip donde la estructura MEMS se encontraba en un solo chip y la electrónica de acondicionamiento de señal se encontraba en otro. Si bien este punto de vista del proceso era el más simple, tenía sus desventajas como la

utilización de una gran área de silicio, módulos intermedios para interconectar diferentes bloques o que el rendimiento suele ser menor en diferentes módulos que en uno solo. Pero gracias a la integración se consiguió una solución económica de alto rendimiento y eficacia. Por ello, siguiendo esta tendencia hoy día se han desarrollado aplicaciones Lab-on-chip donde se integran todos los módulos de un sistema.

Muchos dispositivos MEMS son utilizados para la medida de microfluidos, empleando para ello distintos métodos. Como se comentó al inicio del proyecto, uno de los objetivos es fabricar un sensor de microfluidos que sea fiable y estable. En muchas aplicaciones Lab-on-chip o aplicaciones específicas MEMS que trabajan con dispositivos microfluídicos, es necesario conocer el caudal que circula por los microcanales. Mediante tecnología MEMS se puede fabricar, en un área bastante reducida, un dispositivo que sea capaz de realizar esta función, ya que son el principal objetivo del presente proyecto, así como los distintos avances que se están llevando a cabo en esta investigación.

Los medidores de flujo de líquido de bajo flujo en voladizo son microestructuras en voladizo colocadas perpendicularmente dentro del flujo de fluido, midiendo así la velocidad de flujo mediante la desviación o inflexión en voladizo. Para cuantificar este desplazamiento, los micro-resistores piezoeléctricos colocados en la estructura en voladizo es la tecnología de detección más utilizada, pero también se puede emplear la detección óptica.

Curiosamente, los dispositivos académicos (Figura 1.13) muestran una sensibilidad muy alta gracias a las tecnologías de miniaturización (por ejemplo, 1 nl / min). Por otro lado, al igual que con los sensibles medidores térmicos de flujo líquido de bajo flujo, el polvo y otros residuos pueden alterar el funcionamiento del sensor. Además, el contacto directo del sensor con especies potencialmente sensibles dentro del flujo de muestra es aún más invasivo que los sensores de flujo térmico.

Sensor de flujo de alambre caliente, básicamente es un alambre de platino calentado eléctricamente, el cual es parte de un circuito de PUENTE de WHEATSTONE, al circular el aire a través del alambre, tiende a enfriarlo, alterando así su resistencia eléctrica, un amplificador electrónico detecta estos cambios diminutos en la resistencia y regula la corriente para mantener el alambre en su temperatura original.

La corriente requerida es entonces la medida de la masa de aire, este es un indicador aún más exacto del suministro de combustible que el de volumen. Por esta razón el alambre caliente es llamado más bien sensor de masa de aire.

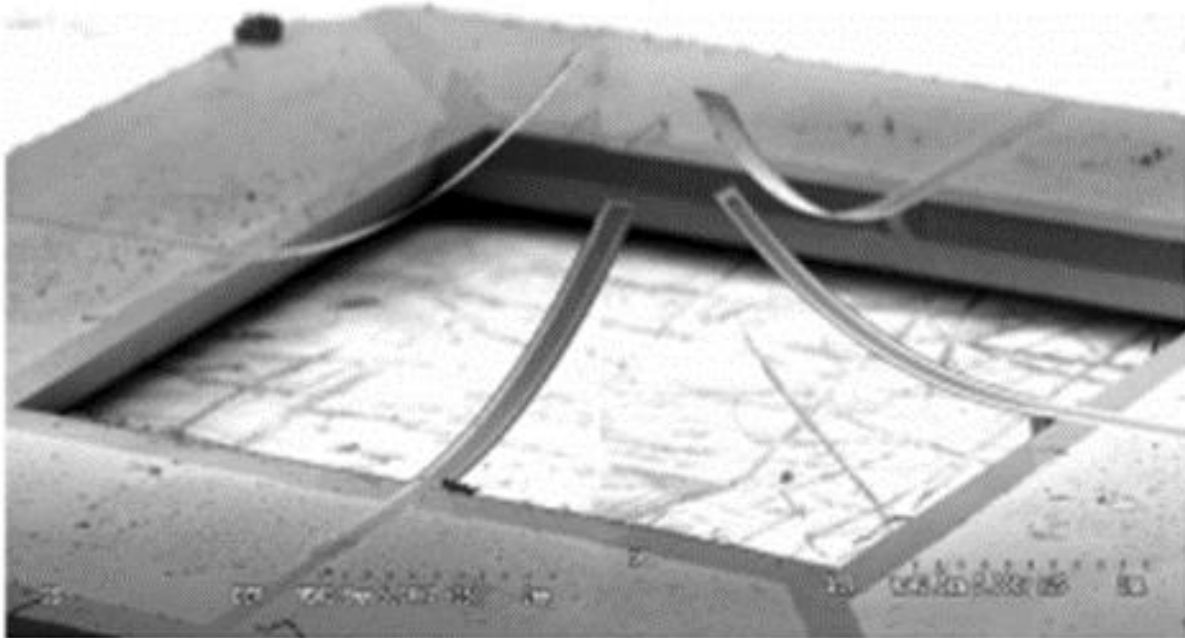


Figura 1. 13. Sensor de microflúidos. Tomada de Wang et al., Symposium on Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS 2008.

1.7. RESISTENCIA ELÉCTRICA

Por resistencia eléctrica entendemos la mayor o menor oposición que presenta un cuerpo al paso de la corriente eléctrica. La unidad de resistencia es el ohm (Ω).

La oposición que presenta un material al paso de la corriente eléctrica se explica por la dificultad que representa para los electrones tener que sortear los átomos que encuentran a su paso cuando circulan por un material. La aplicación de una tensión entre los extremos de un material conductor provoca que los átomos cedan los electrones de valencia, lo que facilita la circulación de éstos a través del material (Ecuación 1).

La resistencia que presenta un material al paso de la corriente eléctrica viene dada por la expresión siguiente:

$$R = \rho \frac{l}{s} \qquad \text{Ecuación 1}$$

Donde:

R es la resistencia expresada en ohms (Ω).

ρ es el coeficiente de resistividad del material expresado en ($\Omega \times m$).

l es la longitud del conductor expresada en metros (m).

s es la sección del conductor, expresada en m^2 .

De la expresión anterior se desprende que la resistencia de un conductor depende de su naturaleza, su longitud y su sección.

1.8 LONGITUD Y SECCIÓN

Cuanto más largo y de menor sección sea un conductor, mayor será la dificultad que ofrezca al paso de los electrones por su interior. En consecuencia:

La resistencia eléctrica de un conductor es directamente proporcional a su longitud e inversamente proporcional a su sección

1.8.RESISTIVIDAD

El coeficiente de resistividad (ρ), o resistencia específica, de un material es la resistencia característica que presenta un conductor de $1 m^2$ cuadrado de sección y 1 metro de longitud a una temperatura dada.

El valor de la resistividad es muy pequeño en materiales conductores y muy elevados en los aislantes (Tabla 1.2).

Tabla 1. 2. Resistividad para diferentes materiales a 20 °C.

Material	Resistividad, ρ ($\Omega \cdot \text{cm}$)
Plata (Ag)	1.59e-8
Cobre (Cu)	1.7e-8
Oro (Au)	2.44e-8
ZnO	0.351e-2
Silicio (Si)	640
Germanio (Ge)	0.46
Vidrio	10e10 a 10e14

1.9.EL COEFICIENTE DE TEMPERATURA (TCR)

El coeficiente de temperatura (α) también llamado TCR, de un conductor es un parámetro que indica el aumento o la disminución que sufre su resistividad específica por efecto de la temperatura.

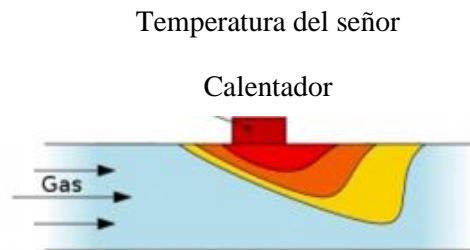


Figura 1. 14. Esquema de transducción por cambio de resistencia al paso del flujo.

En los metales este parámetro tiene un valor positivo, lo que indica que al elevar la temperatura del material aumenta su resistividad específica.[21]

En los semiconductores ese parámetro tiene un valor negativo, lo que indica que al elevar la temperatura del material disminuye su resistividad específica.[22]

Para calcular la resistividad que presenta cualquier conductor a una temperatura T, diferente de 20 °C, se emplea esta fórmula:

$$\rho = \rho_0 * [1 + \alpha * (T - T_0)] \quad \text{Ecuación 3}$$

Donde:

ρ es la resistividad a la temperatura deseada.

ρ_0 es la resistividad del conductor a una temperatura de referencia, normalmente 20°C (Tabla 1.2).

α es el coeficiente de temperatura de resistencia (ver tabla 1.2).

T es la temperatura a la que se desea calcular la nueva resistividad.

T_0 es la temperatura de referencia, normalmente 20°C.

Como consecuencia del cambio de la resistividad con la temperatura, producirá un cambio en el valor de la resistencia (Ecuación 4). Conocido como el valor de resistencia a una determinada temperatura (inicial) y el valor del coeficiente de temperatura α , podemos calcular, aproximadamente, el valor de resistencia a otra temperatura (final).

Debemos indicar que se fabrican componentes en los que deliberadamente se busca que tengan una resistencia eléctrica superior a la de los metales conductores y mucho menor que la que poseen los aislantes. Tales componentes reciben el nombre de resistores o resistencias, y tal como veremos más adelante, dependiendo de su valor podremos limitar de manera conveniente el valor de la corriente eléctrica en un circuito (Tabla 1.3).

Tabla 1. 3. Coeficiente de temperatura de resistencia TCR o α (°C⁻¹) para diferentes materiales.

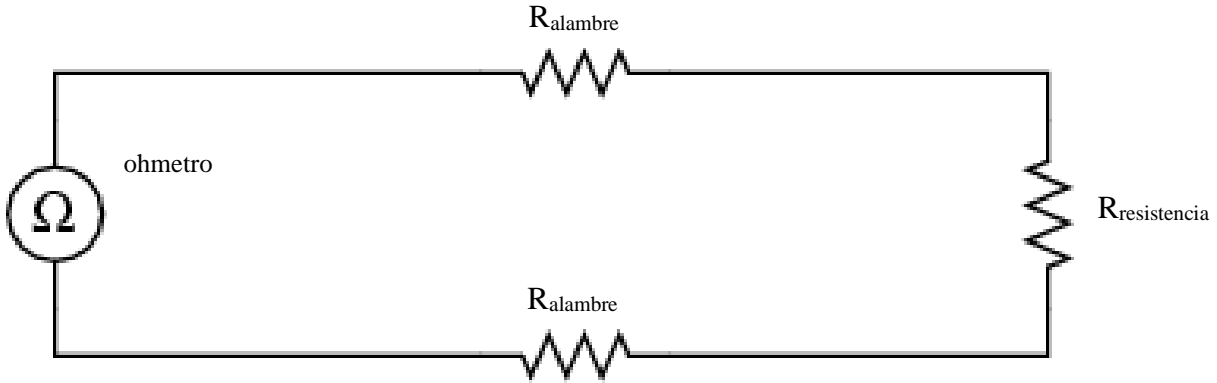
Material	Coefficiente de Temperatura α ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)
Plata (Ag)	3.8e-3
Cobre (Cu)	3.9-3
Oro (Au)	3.4-3
ZnO	-0.816 e-3
Silicio (Si)	-75e-3
Germanio (Ge)	-48e-3
Vidrio	

1.10. MEDIDAS DE RESISTENCIA

La resistencia eléctrica es toda oposición que encuentra la corriente a su paso por un circuito eléctrico cerrado, atenuando o frenando el libre flujo de circulación de las cargas eléctricas o electrones. Es un parámetro muy importante en la electrónica ya que está íntimamente relacionado con valores de salida de sensores (como los sensores de temperatura RTD) y por ello una correcta medición es necesaria para garantizar los datos que proporciona el sensor. La medida de resistencia se puede realizar mediante distintos métodos e instrumentos, dependiendo del valor de la resistencia a medir y de la exactitud que se desee. Para las medidas de resistencias con variaciones pequeñas como ocurre con las RTD hay dos métodos distintos, cada uno con unas características y precisiones que dependen de las exigencias que se le pidan a la medida. Estos dos métodos son la medida de dos hilos y de cuatro hilos.

El método de dos hilos es una medida clásica que utiliza un óhmetro. (Figura 1.15) El problema de este método es que si la distancia de la resistencia hasta el óhmetro es significativa se incluyen

en la resistencia medida el valor resistivo de los cables que conectan la resistencia al óhmetro, por lo que marcaría la resistencia total de los dos cables de conexión y la resistencia.



Suma de resistencias $R_{\text{alambr e}} + R_{\text{resistencia}} + R_{\text{alambr e}}$

Figura 1. 15. Medición de una resistencia con un óhmetro.

Usualmente, la resistencia de los cables suele ser muy pequeña, pero si los cables de conexión son largos y la resistencia a medir es muy pequeña, los errores de medida que se introducen podrían llegar a ser importantes.

Un método ingenioso para mejorar la medida de dos hilos es utilizar conjuntamente un voltímetro y un amperímetro (Figura 1.16). Como se cumple la ley de Ohm, la resistencia será igual a la tensión dividida por la corriente ($R = \frac{V}{I}$) y por ello se podría determinar la resistencia si se conociese la corriente que circula por la resistencia y la caída de tensión que ocurre en la misma.

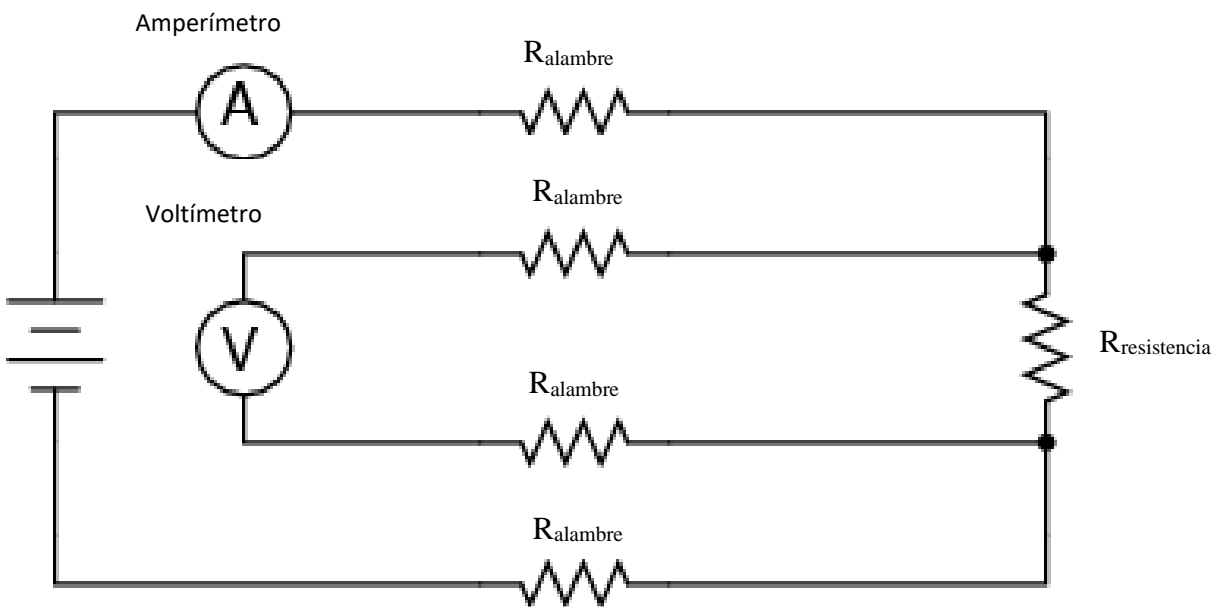


$$R_{\text{resistencia}} = \text{Volts/Amperes}$$

Figura 1. 16.Medición de una resistencia con un óhmetro.

En este caso, la corriente es la misma en todos los puntos ya que el circuito tiene un solo lazo cerrado y al medir la caída de tensión en los extremos de la resistencia evitamos que se incluya la caída de tensión en los cables y mediante la Ley de Ohm se puede obtener el valor de la resistencia.

Sin embargo, en muchas aplicaciones no se puede medir directamente sobre los terminales de las resistencias ya que muchas forman parte de un circuito complejo y no se puede acceder a ellas, por lo que inevitablemente se introducen los valores de los cables. Por ello se añaden un par de cables más y así se permite conectar el voltímetro cerca del amperímetro, conociéndose esta técnica como método de cuatro hilos (Figura 1.17).



$$R_{\text{subject}} = \text{Volts/Amperes}$$

Figura 1. 17.Medida de resistencia de cuatro hilos.

A simple vista parece que al medir la resistencia de este modo incluimos más valores resistivos de cables y la media puede ser menos precisa. Sin embargo, analizándola a detalle se observa que no es así. El voltímetro inyecta una pequeña corriente debido a su alta impedancia de entrada por lo

que en los cables prácticamente no se produce una caída de tensión y se puede aproximar a que la medida del voltímetro está muy cerca del caso de colocarlo sobre los terminales de la resistencia.

Cualquier caída de tensión en los cables principales de corriente no es medida por el voltímetro y así no se tiene en cuenta en el cálculo de la resistencia. Este método se puede mejorar si se consigue que la corriente del voltímetro sea mínima, disminuyendo de este modo la caída de tensión en los cables.

También existe un método de tres hilos, pero los más utilizados son los de dos y cuatro hilos. El más implementado en sensores de temperatura resistivos (RTD) es el método de cuatro hilos ya que ofrece una mayor precisión y además elimina el ruido que pueda provocar la variación de resistencia con la temperatura de los cables.

Sin embargo, esta metodología tiene un gran inconveniente como es la necesidad de disponer de una fuente de corriente muy estable. Esto puede llegar a convertirse en un problema ya que variaciones en la corriente de alimentación provocarán variaciones en la medida de resistencia.

1.11. PUENTE WHEATSTONE

Para evitar el uso de una fuente de corriente estable se utiliza el método clásico de medida de resistencia mediante el puente de Wheatstone. Ésta es una técnica utilizada para medidas de precisión de resistencia desde aproximadamente 1Ω hasta $1 M\Omega$. Está constituido por cuatro resistencias que forman un circuito cerrado, siendo una de ellas la resistencia bajo medida. La precisión está determinada, principalmente, por la precisión de las resistencias conocidas que se utilizan en el puente y por la sensibilidad del detector de cero.

En la figura 1.18 vemos que R_x es la resistencia cuyo valor queremos determinar, R_1 , R_2 y R_3 son resistencias de valores conocidos, siendo la resistencia R_2 es ajustable. Si la relación de las dos resistencias del brazo conocido (R_1/R_2) es igual a la relación de las dos del brazo desconocido (R_x/R_3), el voltaje entre los dos puntos medios será nulo y por tanto no circulará corriente alguna entre esos dos puntos C y B.

Para efectuar la medida lo que se hace es variar la resistencia R_2 hasta alcanzar el punto de equilibrio. La detección de corriente nula se puede hacer con gran precisión mediante el galvanómetro V [23].

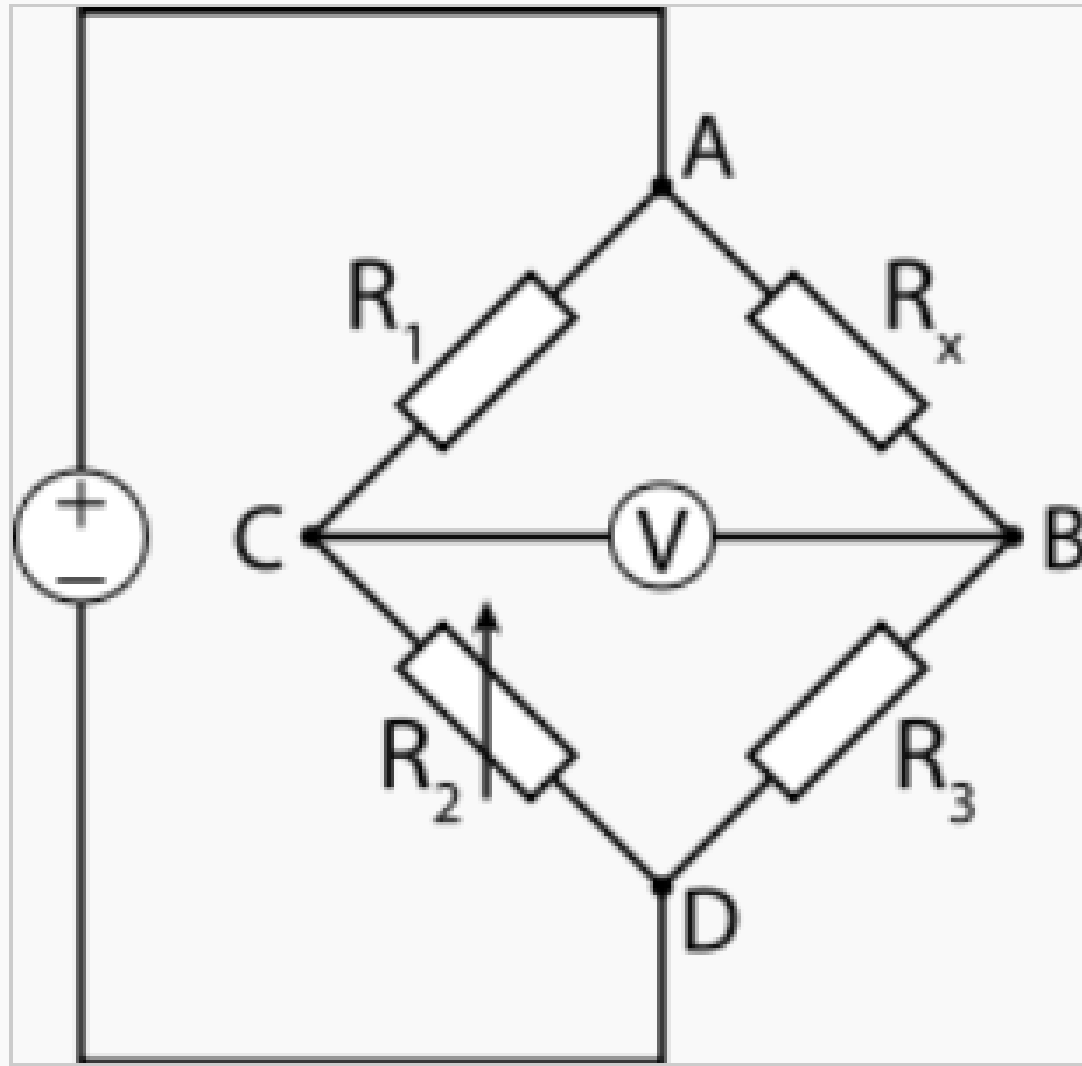


Figura 1. 18.Puente de Wheatstone

$$V_{CB} = \left(\frac{R_x}{R_1 + R_x} - \frac{R_3}{R_2 + R_3} \right)$$

Ecuación 5

Si se define x como la variación de resistencia de Rx con respecto a su valor nominal, está en relación de la tensión de salida en función del valor de Rx no es lineal; sin embargo, para variaciones pequeñas se puede considerar lineal.

Otro aspecto interesante del puente de Wheatstone es que su sensibilidad se ve maximizada para valores que equilibran el puente. Definiendo el valor k como $k = \frac{R1}{Rx} = \frac{R2}{R3}$ la sensibilidad del puente es la mostrada en la Figura 1.19.

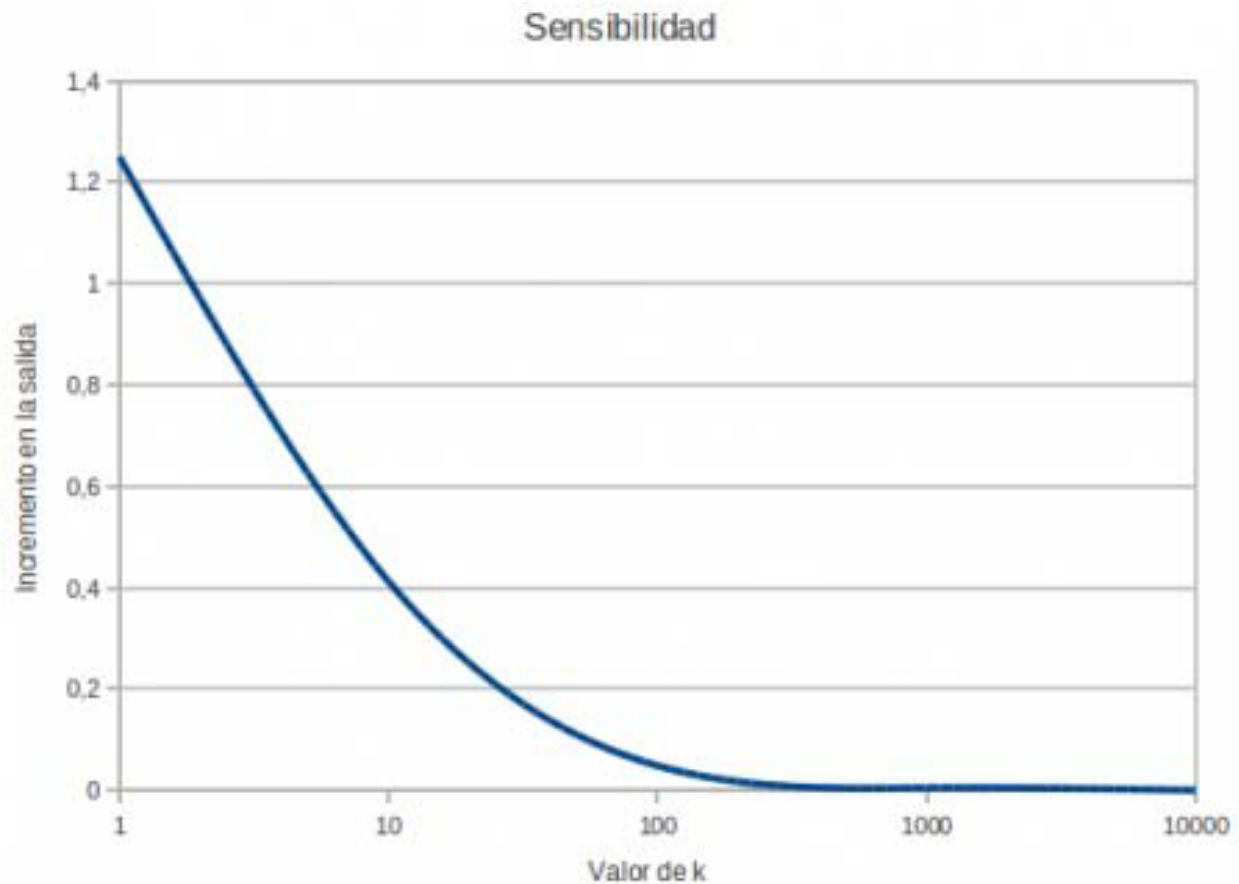


Figura 1. 19.Tensión de salida del puente de Wheatstone

Este tipo de medida basada en el puente de Wheatstone es muy utilizado y está muy extendida entre los métodos para medir variaciones de resistencia. Además, hay muchas topologías que utilizan amplificadores operacionales para mejorar las características de salida del puente, linealizando y amplificando la variación de tensión de salida que produce una variación de resistencia del sensor.

1.12. SPRAY PIROLISIS ULTRASÓNICO (USP)

En contraste con la sonoquímica, donde el ultrasonido induce directamente reacciones químicas, en USP, el ultrasonido no se emplea directamente en reacciones químicas, que de hecho son conducidas térmicamente. En cambio, el papel del ultrasonido en USP es proporcionar el aislamiento de fase de un reactor de microgotas de otro. Mientras que el ultrasonido de alta intensidad con baja frecuencia (típicamente 20 kHz) se usa en sonoquímica, la USP generalmente utiliza ultrasonido de baja intensidad con una alta frecuencia (por ejemplo, 2MHz).

En la USP, el ultrasonido nebuliza las soluciones precursoras para producir gotitas del tamaño de un litro que actúan como reactores químicos aislados, individuales, del tamaño de micras inducidas por cavitación, en general, están involucradas en reacciones químicas separadas por fases (es decir, dos y, a veces, múltiples fases). En la USP, las gotas de líquido generadas por la nebulización ultrasónica se calientan en un flujo de gas, y posteriormente en fase sólida o, a veces, en fase líquida (cuando los precursores se funden antes de la descomposición o cuando se usan líquidos de alto punto de ebullición) se producen reacciones químicas.

La USP se ha utilizado ampliamente en la industria para la producción de partículas ultrafinas y nanopartículas, así como para la deposición de películas delgadas, en parte porque el aparato es sencillo y se puede escalar fácilmente para la producción en masa. En general, USP implica la descomposición térmica de aerosoles (es decir, partículas sólidas o líquidas suspendidas en un gas) generadas por un nebulizador (por ejemplo, nebulizadores neumáticos, ultrasónicos o electrostáticos) en un flujo de gas; la técnica de spray pirolisis es considerada por su originalidad y ventajas como una técnica simple, económica y versátil.

En general USP tiene varias ventajas sobre otros métodos tradicionales: producción de partículas esféricas de tamaño micrométrico o submicrométrico, alta pureza del producto, operación continua y facilidad de control de la composición.

El equipo de spray pirolisis ultrasónico cuenta con los siguientes elementos (Figura 1.20).

- Una campana de extracción
- Una parrilla eléctrica como sistema de calentamiento con control digital modelo XMTG-808 que censa la temperatura a través de un termopar tipo K.

- Una boquilla de cuarzo de 25 cm. De largo y 2.5cm de diámetro para aplicar el aerosol.
- Una bomba de aire eléctrica regulable conectada a un flujometro marca Omega FL 1804, de capacidad a plena escala (150 sccm) de 0.82 LPM.
- Sistema humidificador de la marca “Healthy source Elite” con una potencia de 36.8 Watts y una frecuencia de 1.2 MHz en el transductor piezoeléctrico.

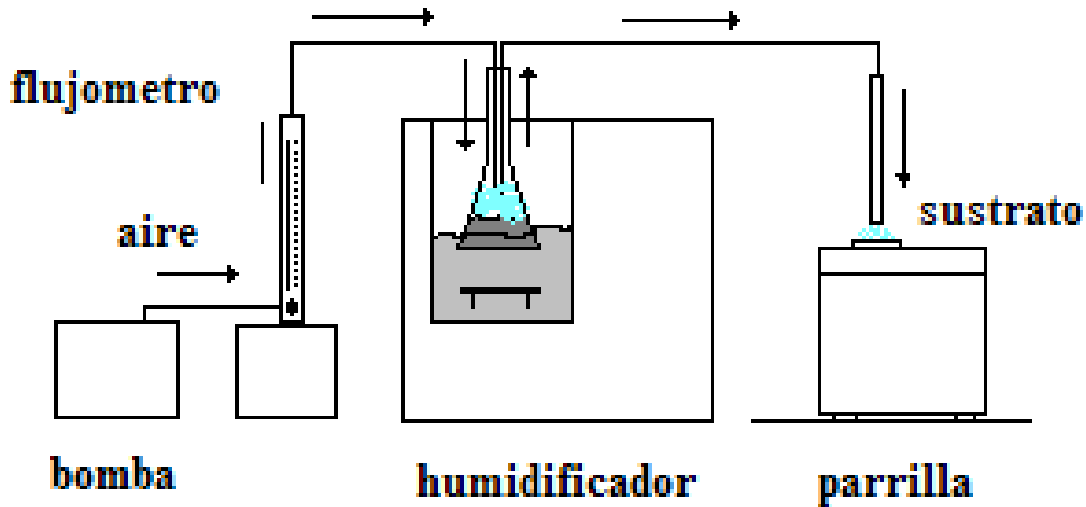


Figura 1. 20.Sistema de spray pirolisis Ultrasónico.

En la tabla 1.4. se muestran las condiciones de operación en el sistema de spray-pirolisis ultrasónico para obtener películas delgadas de ZnO a diferentes concentraciones de las soluciones precursoras.

Tabla 1. 4. Condiciones de operación del sistema spray-pirolisis para depósitos de ZnO.

Parametro	Valor
Distancia de la boquilla al sustrato	1-1.5 cm
Temperatura del sustrato	425 a 450°C
Flujo del gas transportador	328 a 492 ml/min
Tiempo de deposito	90-180 segundos

Concentracion de la solucion precursora	0.05 a 0.4 M
---	--------------

1.13. FOTOLITOGRAFADO

El Fotolitografía es un proceso empleado en la fabricación de dispositivos semiconductores o circuitos integrados. El proceso consiste en transferir un patrón desde una mascarilla a la superficie de una oblea.

Se crece una capa de aislante SiO₂ sobre la oblea, parte de ella debe ser eliminada selectivamente. El grabado selectivo se realiza generalmente mediante el uso de un material sensible a la luz denominado fotorresina. Para ello, la oblea oxidada se cubre en primer lugar por una capa de fotorresistencia. A continuación, se recubre la fotorresistencia con un negativo fotográfico parcialmente transparente denominado máscara o mascarilla.

Una vez convenientemente alineada la máscara se ilumina con luz ultravioleta. La luz ultravioleta cambia la estructura de la fotorresistencia: las moléculas de una fotorresistencia negativa se unen entre si (polimerizan) en las regiones expuestas a la luz. Por el contrario, en el caso de fotorresistencias positivas, los enlaces entre las moléculas se rompen al iluminarse, permaneciendo polimerizadas el resto. Las partes no iluminadas de las fotorresistencias no se ven afectadas. Las áreas no polimerizadas de la fotorresistencia (no iluminadas en el caso de fotorresistencia negativa e iluminadas en el caso de fotorresistencias positivas) se disuelven selectivamente usando por ejemplo tricloroetileno. De esta forma las zonas polimerizadas, resistentes al ataque del ácido quedan protegiendo al SiO₂ como se observa en la figura 1.21.

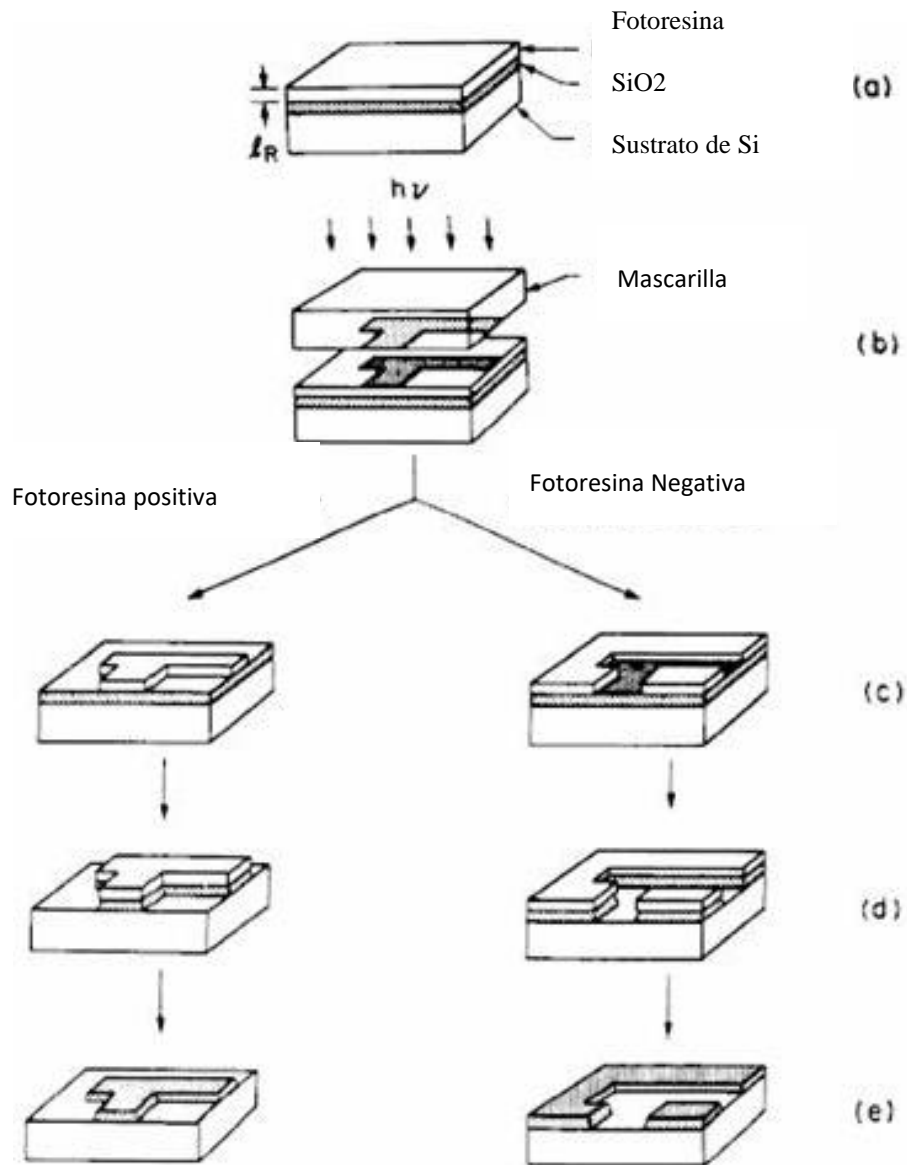


Figura 1. 21. Esquema de un proceso de litografía óptica

1.16. FOTORRESINA

Las componentes principales de una fotorresina son tres: un polímero (resina base), un sensibilizador (también llamado inhibidor), y un solvente. El polímero cambia su estructura cuando es expuesto a una radiación; el solvente permite su aplicación y formación de una fina película sobre la superficie de la oblea; los sensibilizadores controlan las reacciones fotoquímicas en la fase polimérica [24]

1.17 GRABADO DE SiO₂

Una vez que los patrones se han grabado sobre la fotorresistencia por alguna de las técnicas de litografía estudiadas, y se ha disuelto la parte no polimerizada de ésta mediante el uso de metanol, es necesario eliminar la parte de SiO₂ no protegida para abrir las ventanas deseadas en el óxido, que dejen a la vista el sustrato de silicio. Para eliminar la parte de óxido no protegido puede usarse un baño de ácido fluorhídrico que ataca al dióxido de silicio no protegido, pero no ataca al silicio. Existen un gran número de diferentes reactivos químicos que atacan a los materiales selectivamente de manera que eliminan la capa de óxido, pero producen un ataque muy pequeño sobre los materiales subyacentes. Esta técnica se denomina grabado químico o grabado húmedo.

1.18 GRABADO HUMEDO

El grabado es producido por la exposición del sustrato a fluidos reactantes que pueden remover material a través de reacciones químicas. Las velocidades de atacado varían dependiendo del sustrato a ser atacado y de la temperatura y proporción de los ácidos en los fluidos reactantes.

1.19 GRABADO HÚMEDO AL SUSTRATO DE SILICIO

Es la tecnología de grabado o atacado más simple, la cual utiliza soluciones acuosas y tiene como ventaja su bajo costo, ya que de 25 a 50 obleas de 100 mm de diámetro pueden ser atacadas simultáneamente. Debido a la naturaleza de los materiales, puede ser de 2 tipos, grabado anisotrópico o isotrópico.

A) Grabado Anisotrópico. Está basado en las diferentes velocidades de atacado sobre los distintos planos cristalográficos, pero también resulta en pérdida de espacio, ya que estos planos no pueden ser verticales a la superficie cuando se atacan hoyuelos o cavidades. Uno de los atacantes más populares es el hidróxido de potasio (KOH), el cual presenta una velocidad de atacado sobre silicio de aproximadamente 0.5 a 2 $\mu\text{m}/\text{min}$. Las Figuras 1.22 y 1.23 muestran ejemplos de atacado anisotrópico en algunas direcciones.

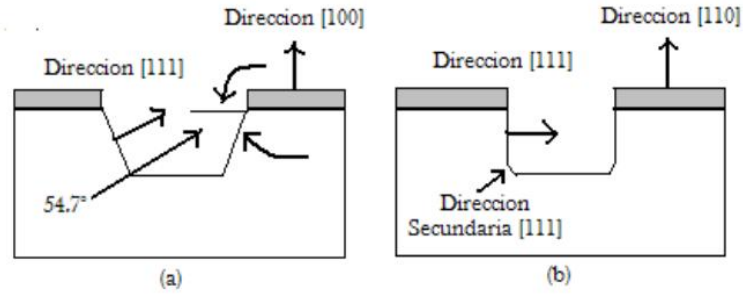


Figura 1. 22.Ejemplos de un: a) Grabado anisotrópico de una oblea de silicio (100) y b) Grabado anisotrópico de una oblea de silicio (110).

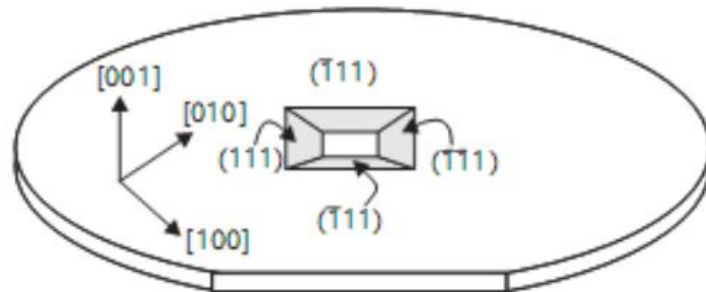


Figura 1. 23.Perspectiva de una oblea de silicio {100} atacada por KOH.

B) Grabado Isotrópico. Produce una remoción de material a una velocidad uniforme sobre todas las direcciones cristalográficas y genera cavidades redondas como se muestra en la Figura 1.22. El atacante más popular del silicio es el HNA, el cual consiste de una mezcla de ácido fluorhídrico (HF), ácido nítrico (HNO₃) y ácido acético (CH₃COOH). Las impurezas dopantes (tipo n o p) del silicio pueden ser empleadas para reducir la velocidad de ataque hasta 150 veces, aproximadamente. La figura 1.24 ejemplifica este tipo de ataque.

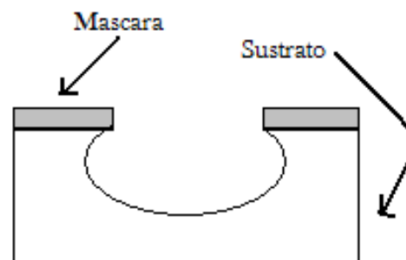


Figura 1. 24.Ejemplo del resultado de un grabado isotrópico.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

- Estudiar el efecto de alambre caliente de ZnO por SPU para el sensado de microfluidos gaseosos.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Diseñar el dispositivo sensor de alambre caliente, con dimensiones micrométricas.
- Diseñar geometría y mascarillas para la litografía de la resistencia (alambre caliente).
- Depositar ZnO por spray pirolisis ultrasónica (SPU).
- Realizar la litografía y el micromaquinado de la microestructura de la resistencia.
- Diseñar el encapsulado del dispositivo sujeto al fluido.
- Diseñar el sistema de medición para la detección de microfluidos.
- Respuesta al flujo de aire del dispositivo.

CAPITULO II: METODOLOGÍA

2.1 DIAGRAMA GENERAL DE FABRICACIÓN DEL SENSOR DE MICROFLUIDO

El siguiente diagrama muestra el proceso de fabricación de sensor de microfluido mediante la tecnología planar de Silicio desde litografía, grabado, micromaquinado, depósito y encapsulado del sensor (ver figura 2.1).

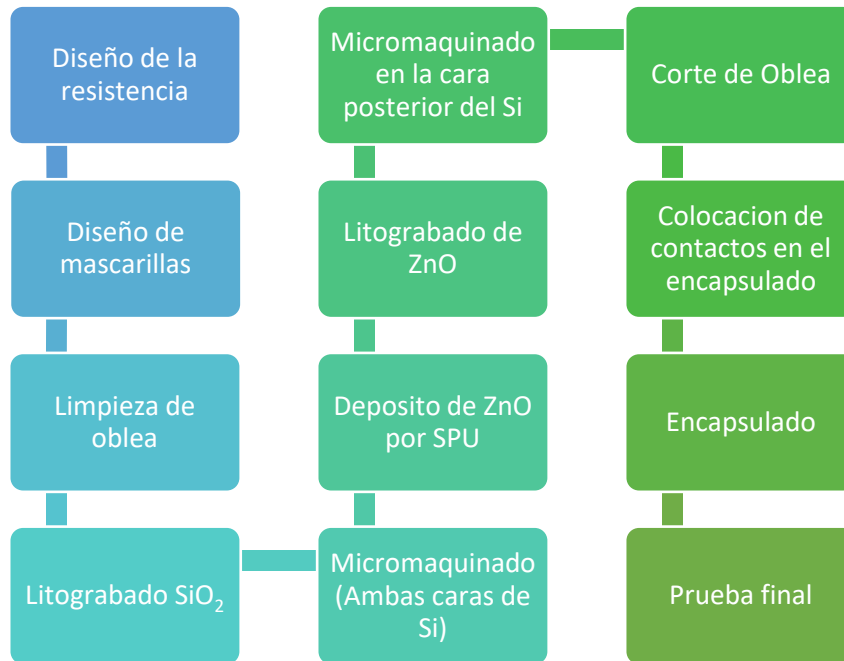


Figura 2. 1.Proceso general para la fabricación del sensor de microfluido.

2.2 ETAPAS A SEGUIR DEL SENSOR

Los sensores de microfluidos de alambre caliente generalmente están formados por un filamento que se calienta, ya sea de diferentes geometrías, en el cual es el elemento sensitivo principal o el que tiene en su superficie los elementos principales que convertirán el paso de fluido en una variable eléctrica.

La siguiente investigación se llevó a cabo en 6 etapas. La primera consistió en la elaboración de la solución precursora y depósito de películas delgadas ZnO, mediante el método de spray pirolisis Ultrasónico USP. sobre sustratos de silicio (Si) tipo p de baja

resistividad ($10^{-3} \Omega/\text{cm}$) con óxido de silicio (SiO_2). En la segunda etapa, se realizó el diseño de la resistencia filamento, de los patrones geométricos e impresión de mascarillas en papel de acetato transparente con el propósito de realizar litografía. La tercera etapa, se realizó fotolitografía al SiO_2 y al ZnO . La cuarta etapa, se realizó el micromaquinado sobre el Si. En la quinta etapa, se hizo el arreglo o encapsulado. La sexta y última etapa, se realizó el sistema de medición y amplificación de señal eléctrica con microfluidos. La figura 2.2. muestra el esquema general de trabajo experimental. La figura 2.2. muestra el esquema general de trabajo experimental.



Figura 2. 2.Diagrama general de trabajo experimental en 6 etapas.

2.3 REACTIVOS

Los reactivos empleados en este trabajo se muestran en la tabla 2.1.

TABLA 2. 1. Reactivos utilizados en la parte experimental.

Nombre	Formula	Pureza	Marca	CAS
Peróxido de hidrógeno	H ₂ O ₂	30%	Fermont	7722-84-1
Ácido Sulfúrico	H ₂ SO ₄	95.9%	J.T. Baker	7664-93-9
Acido fluorhidrico	HF	40.0%	Emsure	766439-3
Floururo de amonio	NH ₄ F	--	Emsure	12125-B
Hidróxido de potasio	KOH	--	Macron	1310-58
Acetato de Zinc deshidratado	Zn(CH ₃ COO) ₂ 2H ₂ O	100%	J.T. Baker	5970-45-6
Ácido clorhidrico	HCl	37.0%	Sigma A.	2681-48-2

2.4. EQUIPOS

Los equipos utilizados para la elaboración del sensor de alambre caliente se presentan a continuación.

2.4.1 EQUIPO DE SPRAY PIRÓLISIS

El equipo de spray pirolisis ultrasónico cuenta con los siguientes elementos: una campana de extracción, una parrilla eléctrica como sistema de calentamiento con control digital modelo XMTG-808 que censa la temperatura a través de un termopar tipo K, tubo de cuarzo de 25 cm de

largo y 2.5 cm de diámetro, una bomba de aire eléctrica regulable conectada a un flujómetro marca Omega FL 1804, de capacidad a plena escala (150 sccm) de 0.82 LPM, un sistema humidificador de la marca *Healthy Source Elite* con una potencia de 36.8 Watts y una frecuencia de 1.2 MHz para el transductor piezoeléctrico. En la figura 2.3 se muestra el diseño general del equipo.

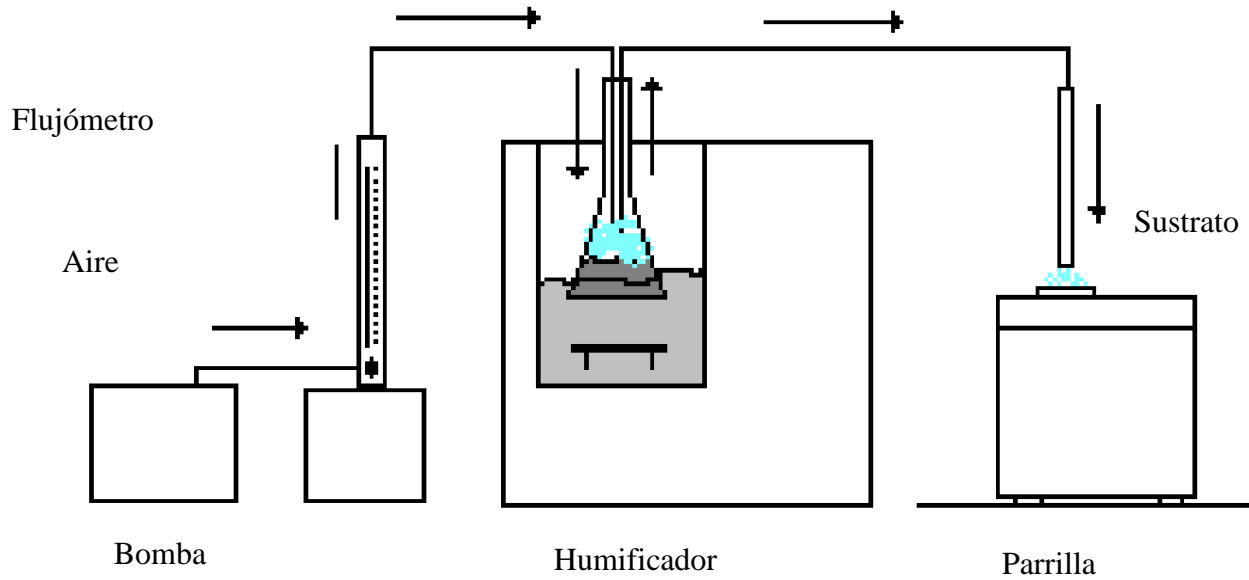


Figura 2. 3. Sistema de spray pirólisis ultrasónico.

2.4.2 EQUIPO DE LITOGRAFÍA

El equipo de litografía cuenta con los siguientes elementos: una campana de extracción, un spin coating regulado por un VARIAC modelo W. H. Curtin & Co., una bomba de vacío modelo GAST para sujetar la muestra y un horno modelo TSSTTV10LTB. Fotoresina positiva ma-P 1225 de la marca micro resist technology, 3 lámparas ultravioleta con longitud de onda de 325 nm, con una potencia total de 45 Watts. Un microscopio TORTY AMERICAN OPTIC CORPORATION. Una

bomba de vacío GAST modelo DOA-P704-AA. La figura 2.4. muestra el diseño general del equipo.

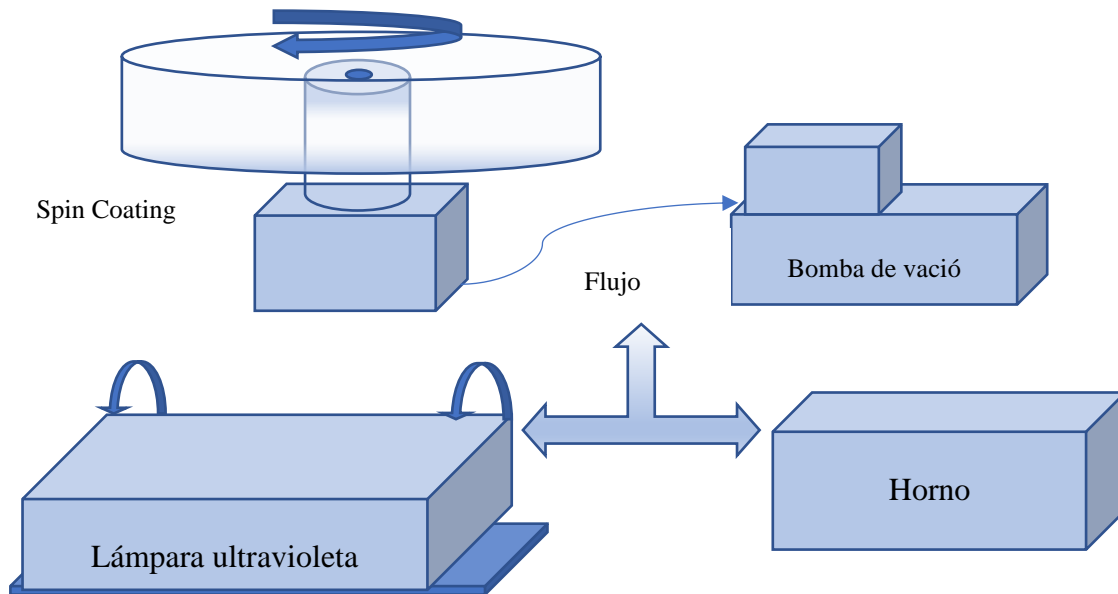


Figura 2. 4. Sistema de fotolitografía.

2.4.3 EQUIPO DE MICROMAQUINADO

La figura 2.5 Consta de los siguientes elementos: una tina de 50x40x20 cm. Un motor CD con alimentación de 12 V CD para un movimiento de rotación constante, una resistencia de 120 V y una potencia de 500 Watts como sistema de calentamiento con un termopar tipo K con un control digital modelo XMTG-808.

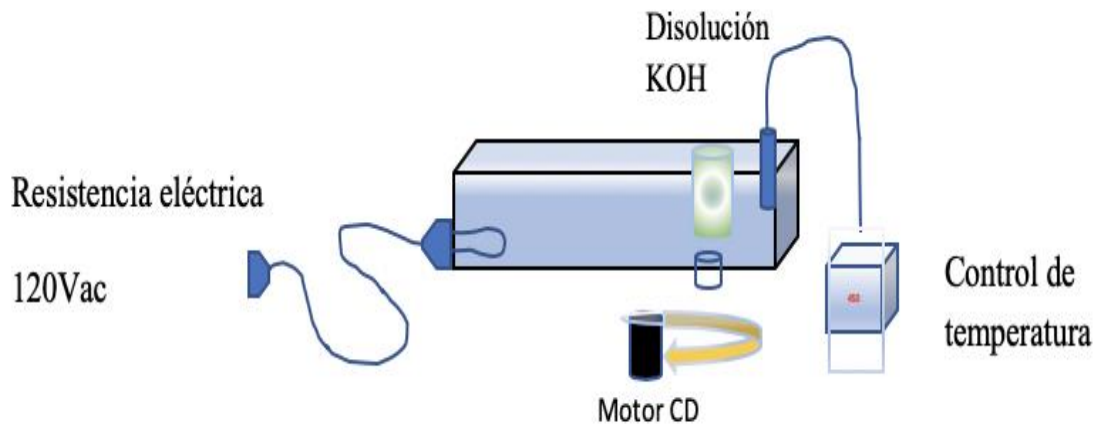


Figura 2. 5.Equipo de micromaquinado KOH.

2.4.4 EQUIPOS DE FUENTE ALIMENTACION Y MEDICION

Los equipos utilizados en este trabajo de tesis constan de una fuente de alimentacion para la administracion de energía al sensor, así como los equipos de medicion para la lectura del dispositivo.

2.4.4.1 FUENTES DE ALIMENTACION

Se utilizó una fuente medidora 2400 Keithley 200 V, 1A, 20W y una fuente de poder simétrica variable, La figura 2.6. muestra los equipos de fuentes de alimentación.



Figura 2. 6. Equipos fuente de alimentación.

2.4.4.2 FUENTES DE MEDICIÓN

El equipo de medición consta de los siguientes elementos: un multímetro HP - Agilent - Keysight 3468A 5.5-Digit Digital Multimeter, un osciloscopio Tektronix TDS 3032. Los datos obtenidos fueron analizados mediante el programa Origin 8. La figura 2.7 muestra los diversos equipos de medición.



Figura 2. 7. Equipos fuente de Medición.

2.5 OBTENCIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE ZNO

Para garantizar el crecimiento de las películas se realizó la limpieza de los sustratos usando una disolución 1:3 de H_2O_2 y H_2SO_4 (solución piraña), después con una disolución de HF al 10% y finalmente enjuagues con agua desionizada mediante baño ultrasónico.

Se preparó una disolución de acetato de zinc dihidratado ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) en medio metanólico a una concentración 0.2 M; misma que fue utilizada para obtener películas delgadas de ZnO bajo los siguientes parámetros experimentales mostrados en la tabla 2.2. Las condiciones de depósito son importantes para obtener películas de diferente uniformidad, transparencia, espesor y resistencia eléctrica.

TABLA 2. 2. Parámetros experimentales para la obtención de películas delgadas de ZnO.

Parámetros	Condiciones experimentales
Distancia de la boquilla al sustrato	5 mm
Temperatura	450 - 455 °C

Flujo del gas portador	574 - 628 mL/min
Tiempo de depósito	300 s
Concentración de la disolución precursora	0.2 M

2.6 DISEÑO DE MASCARILLAS

Para el diseño de los patrones geométricos (mascarillas) se empleó el software CorelDraw, aunque el software tiene la capacidad de generar patrones geométricos de 0.01 milímetros de resolución la impresión en laser no logra obtener este alto nivel de resolución.

2.6.1 DISEÑO DE PATRONES GEOMÉTRICOS E IMPRESIÓN EN PAPEL DE ACETATO TRANSPARENTE

Para el diseño de la mascarilla sobre la película de ZnO es importante definir los siguientes parámetros: resistencia, resistividad, distancia entre línea y línea, espesor, ancho y longitud (Tabla 2.3), para favorecer su función como alambre caliente conjunto a la Ecuación 1. Se considero que, el depósito no tiene un control estricto; la resistencia (R) puede variar entre $15K\Omega$ a $50k\Omega$ ~, para ello se dieron valores a otros parámetros, un espesor de 300nm por un ancho de $400\mu m$. Una longitud de 1.5cm en forma de serpentin y una resistividad de $0.02 \Omega cm$. El área seccional del alambre caliente está representada por la letra (s) es proporcional al espesor obtenido de depósito. Como se puede observar en la figura 2.8.

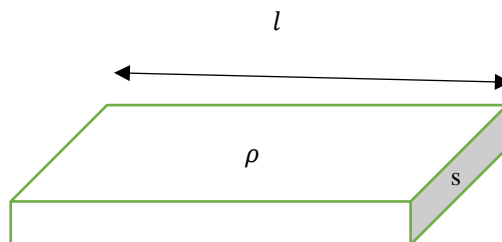


Figura 2.8 Obtención de la resistencia en la película de ZnO a partir de las dimensiones de depósito por SPU.

Ecuación 1

$$R = \rho \frac{l}{s}$$

Donde:

$$\rho = 0.02 \Omega cm$$

$$l = 1.5 cm$$

$$s = w * (300 \times 10^{-7} cm)(400 \times 10^{-4} cm) = 1.2 \times 10^{-6} cm$$

TABLA 2. 3.Parámetros de la película de ZnO como alambre caliente y dimensiones consideradas.

Resistencia (R)	15KΩ a 50kΩ ~
Resistividad considerada	0.02 Ωcm ~
Diseño de geometría de resistencia (alambre caliente) de ZnO	
Espesor	300 nm
Ancho	400 μm
Distancia de separación entre línea y línea	400 μm
Longitud	15 mm

La figura 2.8a muestra las dimensiones de alambre caliente (ZnO) con la geometría empleada en forma de serpentín; mientras que la figura 2.8b presenta dimensiones de 5.60 mm de ancho, 6.20 mm de alto en la parte exterior mientras que en la parte inferior muestra dimensiones de 3.6 mm de ancho y 4.2 mm de alto. En la figura 2.8c se observan dimensiones de 5.60 mm de ancho, 6.20

mm de alto en la parte exterior mientras que en la parte inferior las dimensiones son de 4 mm de ancho y 4.6 mm de alto.

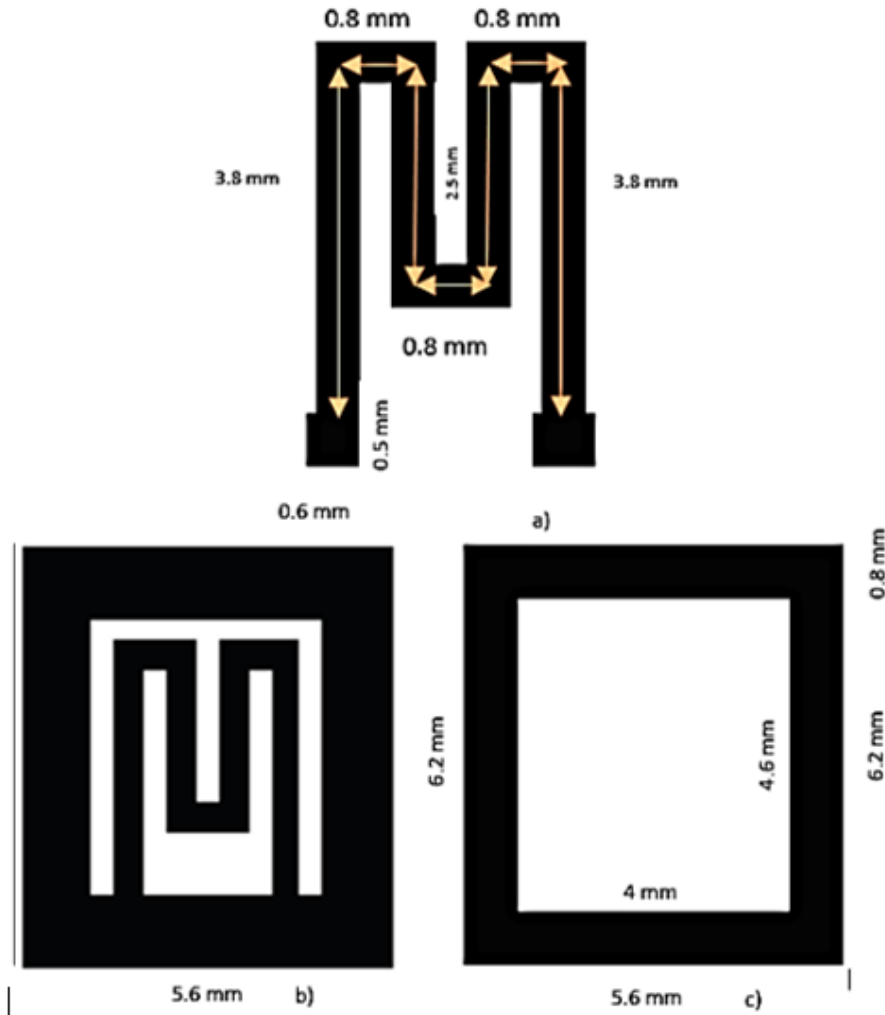


Figura 2. 8. Geometría del sensor de alambre caliente (ZnO). a) Diseño de ZnO con una longitud de 15 mm. Ancho de línea de 400um. Y un espesor de 300nm. b) diseño de SiO₂ en la parte superior de la oblea, en el centro se observa un serpentin con 400um. de ancho de línea, adherido al marco con ancho de 1 mm. c) Diseño de SiO₂ en la parte posterior de la oblea, se observa un marco con ancho de 0.8mm.

Las condiciones que se tomaron en cuenta para realizar el micromaquinado para el diseño del dispositivo se muestran en la tabla 2.4, tomando en cuenta la razón de grabado y la orientación preferencial de ataque.

TABLA 2. 4.Condiciones para el micromaquinado.

Dimensión del dispositivo	Abreviaturas	5.6mm X 6.20 mm
Espesor de la oblea	T	0.0108 in = 272.32 μm
Profundidad de ataque químico KOH	dg	1) 30 μm . 2) 141.44 μm . 3) 243.32 μm .
Espesor de soporte interno	h	30 μm .
Longitud de grabado de dado a dado	W	193.23 μm . = 200 μm .
Longitud interno superior de dado	l	3.6 mm. X 4.20 mm.
Longitud interno inferior de dado	L	4 mm. X 4.6 mm.

La figura 2.9 muestra el diseño de acuerdo con las dimensiones mostradas en la tabla anterior (tabla 2.4).

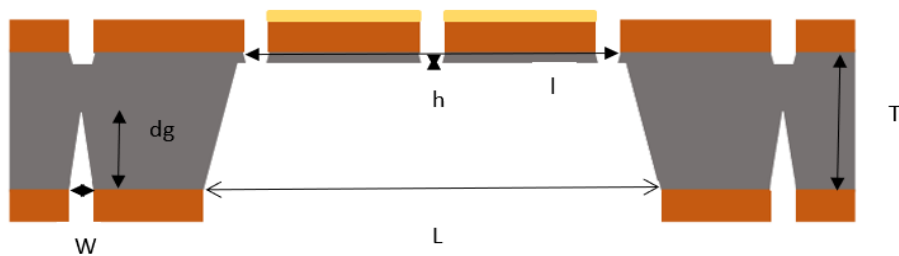


Figura 2. 9.Vista seccional del dispositivo.

Para calcular las dimensiones de las geometrías para el de grabado de SiO₂ se utilizaron dos ecuaciones, que permitieron determinar la profundidad de ataque químico mediante una disolución de KOH.

La ecuación 6 se utilizó para determinar profundidad de ataque dg al Si donde: W es el grosor de la muestra. La ecuación 7 se utilizó para determinar la longitud de los dados tanto en la parte superior como en la parte inferior de la oblea de Si

2.6.2 ECUACIONES

$$dg = \frac{(W)}{2} \tan 54.74^\circ \quad \text{Ecuación 6}$$

$$l = L - \sqrt{2}(T - h) \quad \text{Ecuación 7}$$

Las mascarillas se realizaron en las superficies del SiO₂ y ZnO. El primer paso consistió en diseñar los patrones geométricos sobre SiO₂ como se muestra en la figura 2.10 donde se presentan las mascarillas tanto en la parte posterior (mascarilla A) como en la parte frontal (mascarilla B) de la oblea de Si con SiO₂. Una segunda etapa consistió en la elaboración de los patrones geométricos para la película de ZnO. La figura 2.11 muestra la mascarilla C realizada a partir de las dimensiones de la figura 2.7.

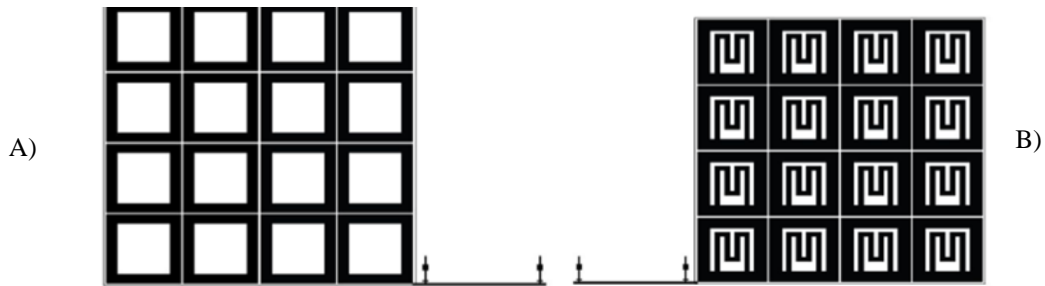


Figura 2. 10. Mascarillas A y B para patrones del SiO₂.

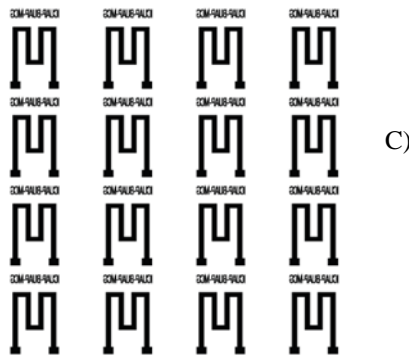


Figura 2. 11.Mascarilla C para patrones de ZnO

En este trabajo de tesis la fotolitografía se realizó en los dos lados de la oblea de Si con SiO₂ considerando las marcas de alineación en las mascarillas A y B para que empalmen entre sí, en la figura 2.12 se muestra la guía de orientación para el proceso de fotolitografía con dimensiones de 1000X200 micrómetros.



Figura 2. 12.Marca de alineación para proceso de fotolitografía.

Para comprobar que las mascarillas están elaboradas correctamente, las mascarillas se colocaron en forma descendente (C,B,A) la mascarilla A en la parte posterior, la mascarilla B en el centro y la mascarilla C en la parte superior como se muestra en la figura 2.13 corroborando así que las dimensiones sean las correctas, las calles entre cuadro a cuadro adecuadas y las marcas de alineación empalmadas correctamente una sobre otra, esto para las 3 mascarillas.

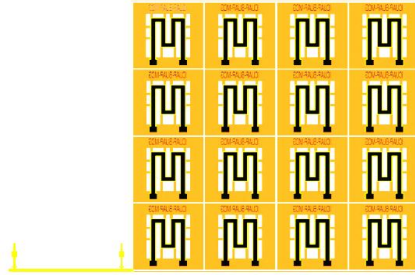


Figura 2. 13. Mascarillas A, B y C. Vista de la parte superior de la oblea de silicio (área café=SiO₂ área negra=ZnO, área amarilla=marca de alineación.)

La Impresión de patrones geométricos se realizó en una impresora láser de negativos de alta calidad en hojas de acetato transparente para la impresión de patrones en el proceso de litografía.

2.7 PROCESO TECNOLÓGICO

En esta etapa se realizaron varios procesos para la elaboración del sensor de microfluidos como: litografía a SiO₂ y ZnO, micrograbado en Si y ensamblado.

2.7.1 PROCESO DE LITOGRAFÍA Y MICROGRABADO DEL SENSOR DE MICROFLUIDO

Para la elaboración del sensor se cortaron obleas de 2 pulgadas de diámetro (5 cm) en 4 secciones iguales (muestras), con un cortador de punta de carburo de silicio.

Se limpiaron las secciones de oblea empleando solución piraña.



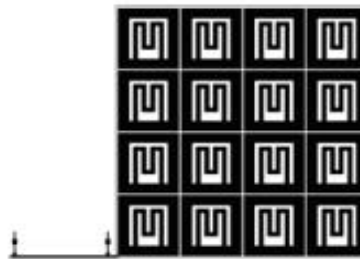
En la muestra se deposita por el método de spin coating, foto resina positiva (espesor de 10 micrómetros aprox.) en una cara de la muestra.

Se introdujo la muestra en un horno a una temperatura de 80°C por 12 min (recocido).



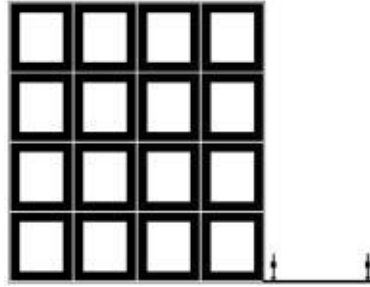
Se repitió el proceso de depósito de foto resina positiva por el otro lado de la muestra y se introdujo la muestra en un horno a una temperatura de 80°C por 20 min (recocido).

En el mecanismo de alineación se colocaron la mascarilla B en la parte superior y la mascarilla A en la parte inferior de la muestra. Se realizó foto-litografía tipo sándwich en ambos lados de la oblea de Si, primero en la cara superior para la transferencia de patrones, posteriormente en la cara posterior.



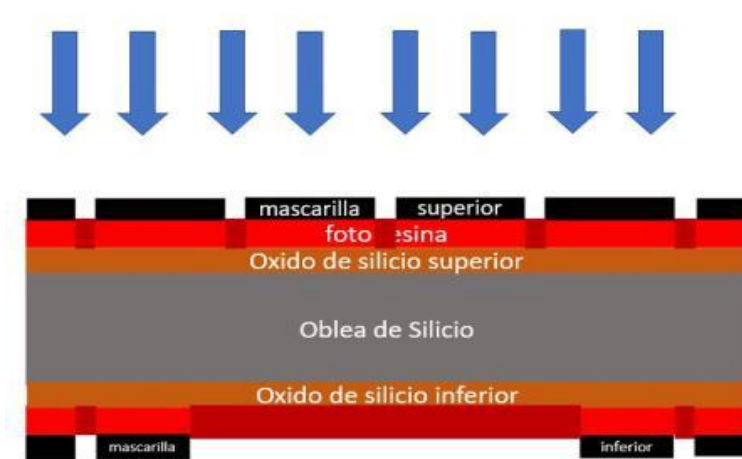
Mascarilla B superior (SiO₂)





Mascarilla A inferior (SiO₂)

Al término de la alineación tipo sándwich, la muestra fue expuesta a radiación ultravioleta para remover la resina donde le da la luz ultravioleta por ambas caras.



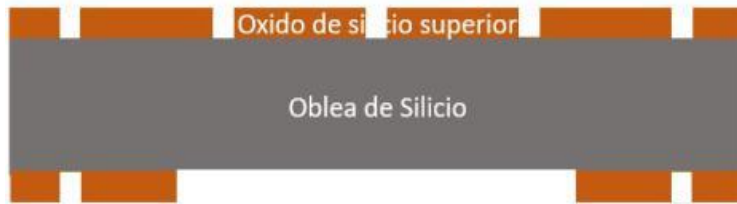
Después de la exposición, la muestra se introdujo en una disolución de Hidróxido de sodio (NaOH) al 1% con agua desionizada (revelado), por un tiempo de 20 segundos hasta obtener la apertura de ventanas en ambos lados de la muestra.



Una vez expuestas las ventanas de la muestra, se realizó un calentamiento duro en un horno de 120 °C a 130 °C por 20 min.

Para realizar un grabado al SiO₂ se realizó un ataque a través de las ventanas abiertas de la resina con una solución de fluoruro de amonio (NH₄F), ácido fluorhídrico (HF) y agua D.I. denominada Buffer (1:1:7), por un tiempo de 12 min.

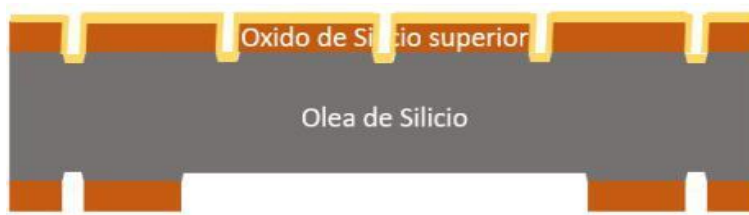
Al término del grabado al SiO₂, se retiró la resina restante con acetona empleando baño ultrasónico por un lapso de 10 min.



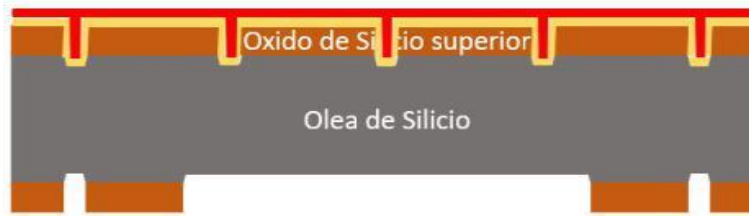
Se realizó un enjuague con agua D.I. y un ataque químico anisotrópico al silicio con hidróxido de potasio (KOH), solución a una concentración al 40% en 50 ml de Agua D.I. por un tiempo de 22.5 min. (para desbastar 15 micrómetros de profundidad).



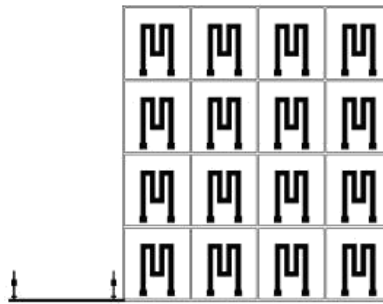
Se deposita ZnO por el método de spray pirolisis en la parte superior de la oblea (300 nm de espesor aproximadamente, para obtener una resistividad de $(0.35 \times 10^{-3} \Omega\text{-cm.})$)



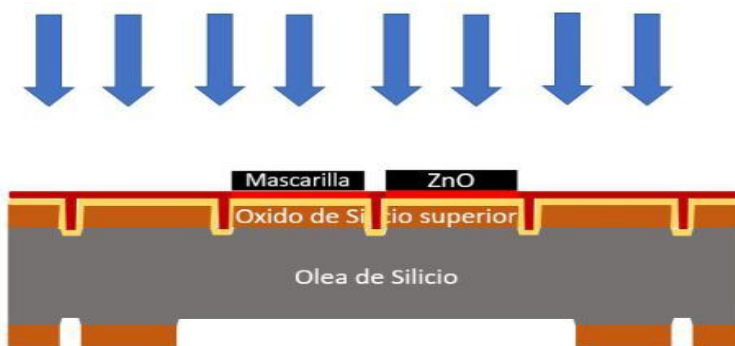
Se deposita resina por el método de spin coating para seleccionar el área a proteger.



Se realiza litografía en la parte superior de la muestra para definir la resistencia de ZnO (mascarilla C).



Mascarilla C (ZnO)



Una vez realizado el proceso de litografía se realizó un revelado de la resina expuesta con solución de NaOH al 1% por un tiempo de 30 segundos.



Después de realizar un recocido duro en el horno para endurecer la resina restante por 20 min, se removió el ZnO que están desprotegidas con resina con una solución de HCl al 25% razón (4:1).



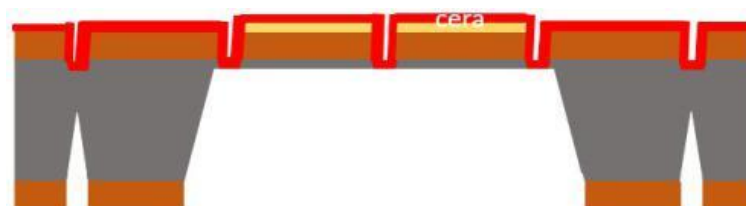
Se retira la resina con acetona en baño ultrasónico (3 repeticiones).



Al término del grabado de ZnO se depositó cera (a 80°C por 1 min) en la parte superior de la muestra para protegerlo del ataque químico anisotrópico con KOH. Dejando enfriar hasta que la cera se endurezca completamente.



Cuando la cera está completamente fría; la muestra se introdujo en el sistema de ataque químico anisotrópico con KOH, por un tiempo de (387.48 min.) para desbastar una profundidad aprox. de 258.32 micrómetros en la parte posterior de la oblea.

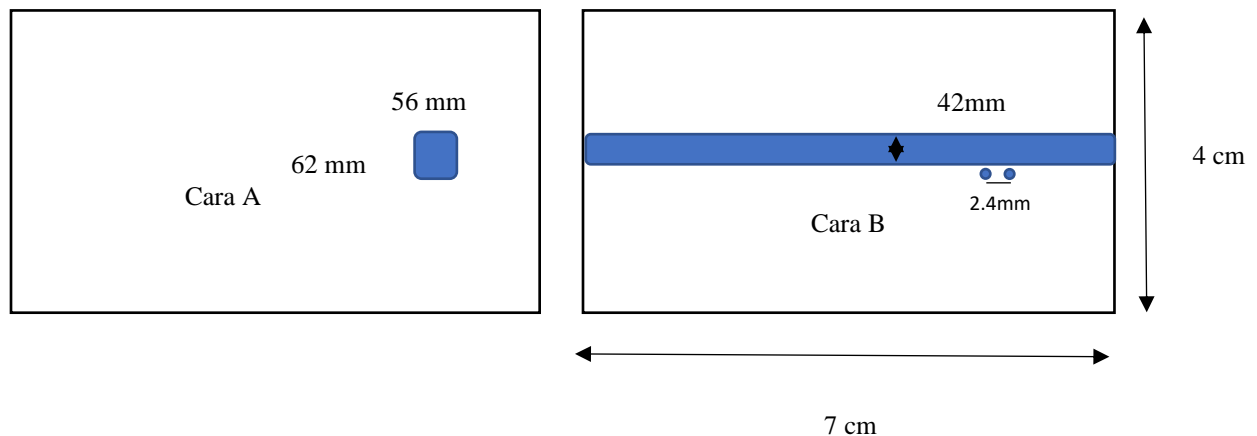


Finalmente transcurrido el tiempo se retiró la cera en la parte frontal con alcohol a una temperatura de 30°C por 10 min, al termino se enjuago con acetona y alcohol obteniendo la resistencia voladiza.



2.7.2 PROCESO DE ENCAPSULADO DEL SENSOR DE MICROFLUIDOS

Con el fin de poder medir el sensor se realizó un sistema de encapsulado que consistió de 2 placas de acrílico de 4 milímetros de espesor con dimensiones de 7x4 cm. Donde en la primera placa de acrílico se realizó una cavidad de 5.6 x 6.2 mm. por una profundidad de 300 micrómetros como se puede ver en la figura 2.14 cara A, mientras en la segunda placa de acrílico se realizó una cavidad de 300 micrómetros de profundidad por 4.2 mm de ancho por 7 cm de largo; se realizaron 2 perforaciones de un diámetro de 0.5 mm por 4mm de profundidad separados a una distancia entre sí de 2.4 mm para la conexión de alambres de cobre en el sensor como se puede observar en la figura 2.14 cara B.



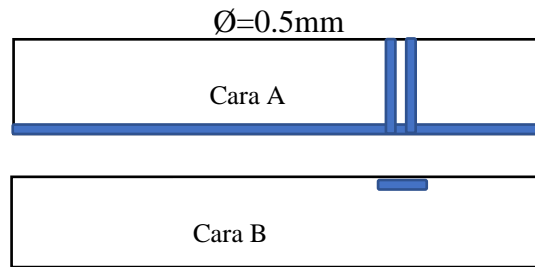


Figura 2. 14. Placas de acrílico con cavidades en cara A y cara B.

Una vez terminado se colocó el sensor de microfluidos en la cara A, después se acoplo la cara B encima de la cara A quedando el sensor en medio de las dos placas de acrílico como se muestra en la figura 2.15.

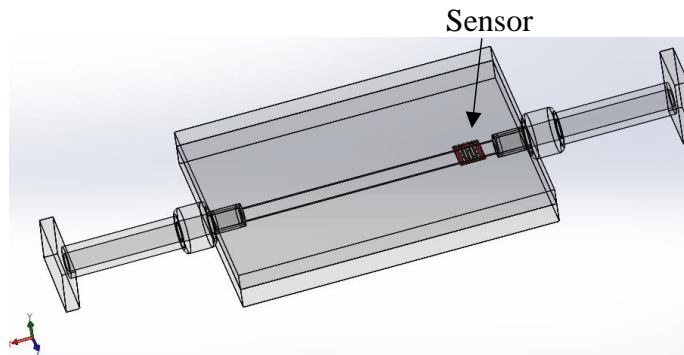


Figura 2. 15. Sensor de microfluido en medio de 2 placas de acrílico.

Para la conexión eléctrica entre el sensor con el exterior se emplearon dos alambres de cobre calibre num.30 con longitud de 10 cm cada uno (Figura 2.16a). En la figura 2.16b se muestran las placas de acrílico con los alambres de cobre en los orificios de 0.5mm de diámetro pegados con pintura de plata.



Figura 2. 16. Conexión de alambres de cobre con el sensor de microfluidos.

2.8 ELABORACIÓN DE SISTEMA DE MEDICIÓN DEL SENSOR DE MICROFLUIDOS

Para poder realizar la medición de las señales eléctricas del sensor se propuso un sistema de medición capaz de detectar pequeñas señales eléctricas desde decenas de μV hasta unidades de Volts, en la figura 2.17 se muestra las etapas para obtención del sistema de medición: la primera es el sensor fabricado anteriormente en el apartado 2.5 “Elaboración del sensor de microfluidos” de esta tesis. El segundo es un sistema de detección de pequeñas señales, como el puente Wheatstone con salida diferencial. Una tercera consiste en realizar amplificación diferencial con un amplificador de instrumentación AD620; acoplando las tres etapas, se obtuvo el sistema de medición.

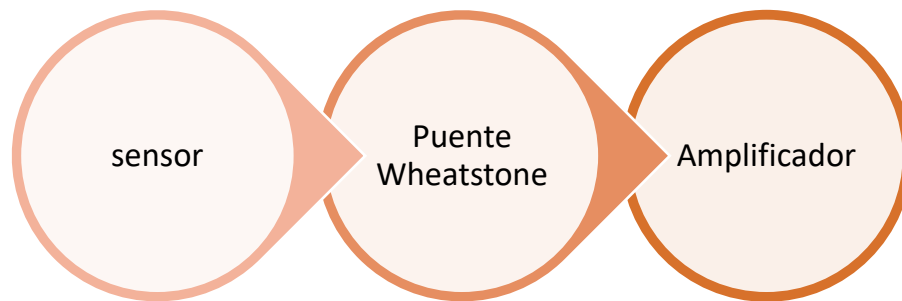


Figura 2. 17. Etapas del sistema de medición.

En la segunda Etapa se muestra el diagrama de conexión del sensor de microfluidos con el sistema de ajuste Wheatstone (figura 2.18), en la cual se puede apreciar que las resistencias R_1 , R_2 y R_3 son iguales, la resistencia de $1\text{M}\Omega$ es la resistencia de ajuste en la salida de voltaje diferencial entre las ramas V_2 y V_1 el sistema se alimenta con una fuente de voltaje directo de 25V.

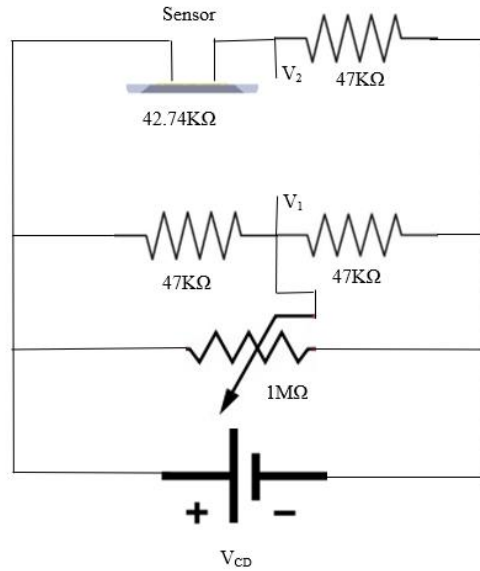


Figura 2. 18. Sistema de ajuste (puente Wheatstone).

Para amplificar señales eléctricas del sensor se requieren dos características en un amplificador: la primera es que presente una muy alta impedancia en sus terminales de entrada (esto responde a las leyes de Kirchhoff y elimina posibles caídas de voltaje de la señal, que den como resultado la reducción o anulación de su amplitud), y la segunda es que solamente amplifique la diferencia de voltaje existente entre dichas terminales. El amplificador que reúne las dos características mencionadas es el amplificador de instrumentación, ver figura 2.19, muestra las ramas V_2 y V_1 del puente Wheatstone conectados en las entradas del amplificador AD620.

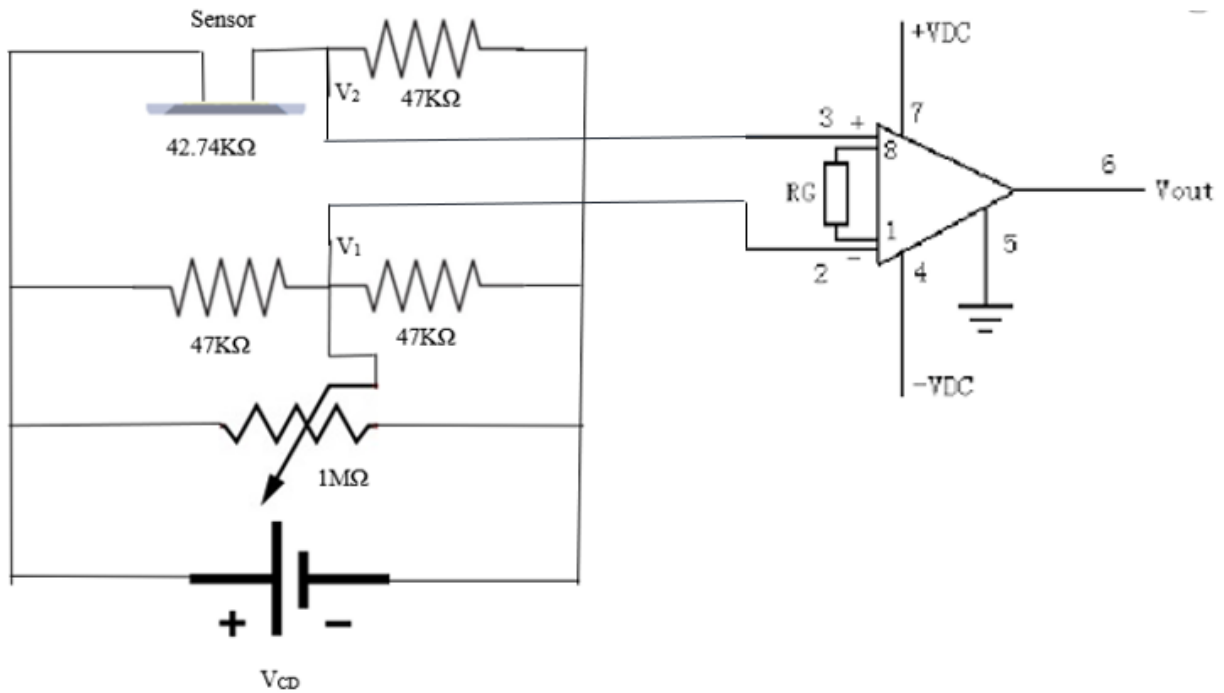


Figura 2. 19. Sistema de ajuste con amplificador de instrumentación AD620.

Una vez terminado el circuito se introdujo en una caja de metal con el objetivo de aislarlo de cualquier señal parasita como se muestra en la figura 2.38.



Figura 2. 20. Ensamble del circuito eléctrico en una caja de metal.

CAPITULO III: RESULTADOS

3.1 RESISTENCIA DE ZnO

Los valores obtenidos para la película de ZnO se muestran en la tabla 3.1, donde se comparan los valores teóricos con los experimentales, en la figura 3.1 se aprecia una simulación del sensor de alambre caliente en color amarillo mientras en el fondo en color rojo se aprecia el SiO₂.

	Valor teórico	Valor experimental
<i>Resistencia</i>	10K Ω a 50k Ω aprox.	42.74k Ω
<i>Resistividad considerada</i>	0.02 Ω -cm	0.035 Ω -cm
	Dimensiones teóricas de ZnO	Dimensiones experimentales de ZnO
<i>Espesor</i>	300 nm	307 nm
<i>Ancho</i>	400 μ m	390 μ m
<i>Distancia de separación entre línea y línea</i>	400 μ m	410 μ m
<i>Longitud aproximada</i>	15 mm	14.6 mm

Tabla 3. 1. Características de la película de ZnO.

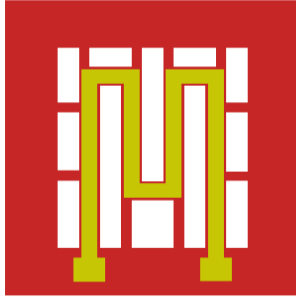


Figura 3. 1. Simulación del sensor de alambre caliente (color amarillo= ZnO y color rojo= SiO₂).

La correlación entre el espesor de la película de ZnO y su resistencia se muestra en la figura 3.2, donde observamos que el incremento del espesor depositado de la película disminuye el valor de la resistencia.

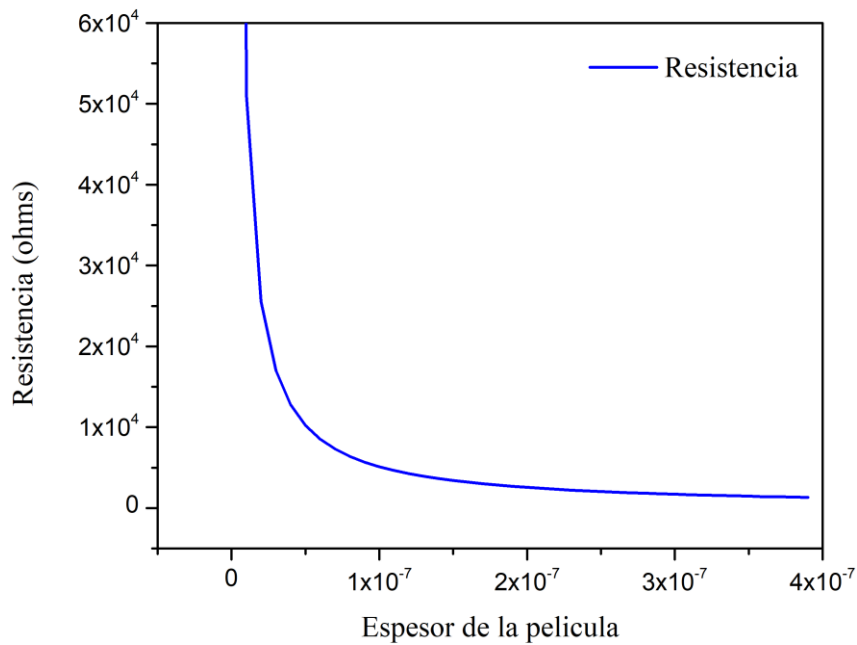


Figura 3. 2. Grafica de correlación entre espesor depositado de ZnO y Resistencia.

3.2 FOTOLITOGRAFADO

En la figura 3.3a se observa la mascarilla B sobrepuesta en una oblea de Si con SiO₂ en la cual se realizó un depósito de resina previamente. Para la exposición a radiación UV la muestra fue colocada entre las mascarillas A y B en un sistema tipo sándwich (Figura 3.3 b). En la figura 3.3c observamos los patrones geométricos transferidos a la muestra, evidenciando un contraste entre la resina y el SiO₂. Una vez retirada la resina se observa al Si descubierto en la figura 3.3d. En la figura 3.3e se observa el ZnO depositado sobre el SiO₂ el área señalada indicando en un círculo rojo el pad, donde posteriormente se colocará el contacto para su realización la medición del sensor.

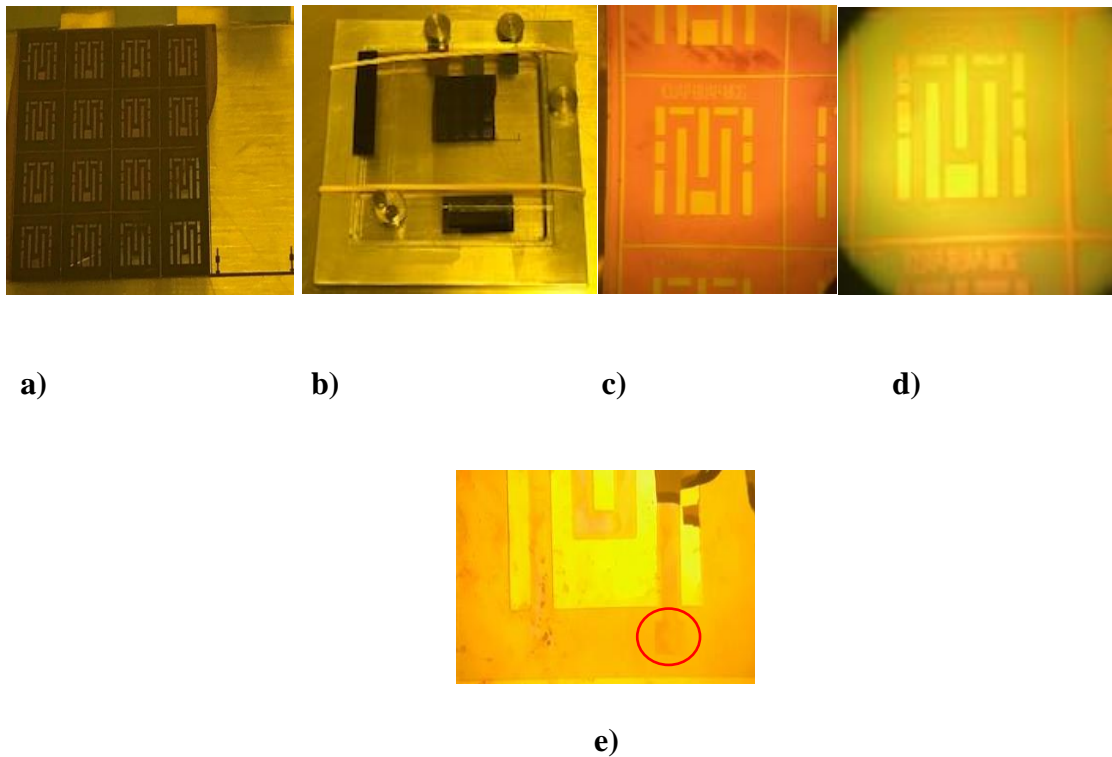


Figura 3. 3. Procesos de fotolitografía y grabado para SiO₂ y ZnO.

3.3 MICROMAQUINADO

Por el método de micromaquinado con solución KOH se logró obtener estructuras voladizas logrando apreciar las diferentes orientaciones cristalográficas del Si en la figura 3.4a se muestran 4 dados separados por una cavidad triangular (formando un rombo en el centro de la unión) en los planos (100) apreciando superficies uniformes lo que indica que el ataque con la

solución de KOH tiene una profundidad de aproximadamente 15 micrómetros. En la figura 3.4b se muestra una magnificación para una cavidad triangular de la figura 3.4a que corresponde a las orientaciones cristalográficas (111), para la figura 3.4c las áreas de color amarillo corresponden a las orientaciones cristalográficas (100), la figura 3.4d se muestra una magnificación en el plano (100) de la figura 3.4c observando aglomerados de Si indicativos de un ataque en la solución de KOH más profundo aproximadamente 250 micrómetros. La figura 3.4e para una fina capa de Si indica que el ataque químico realizado no logra atravesar la muestra. Por otro lado, en la figura 3.4f se puede observar que el ataque químico atravesó completamente la muestra obteniendo la estructura voladiza.

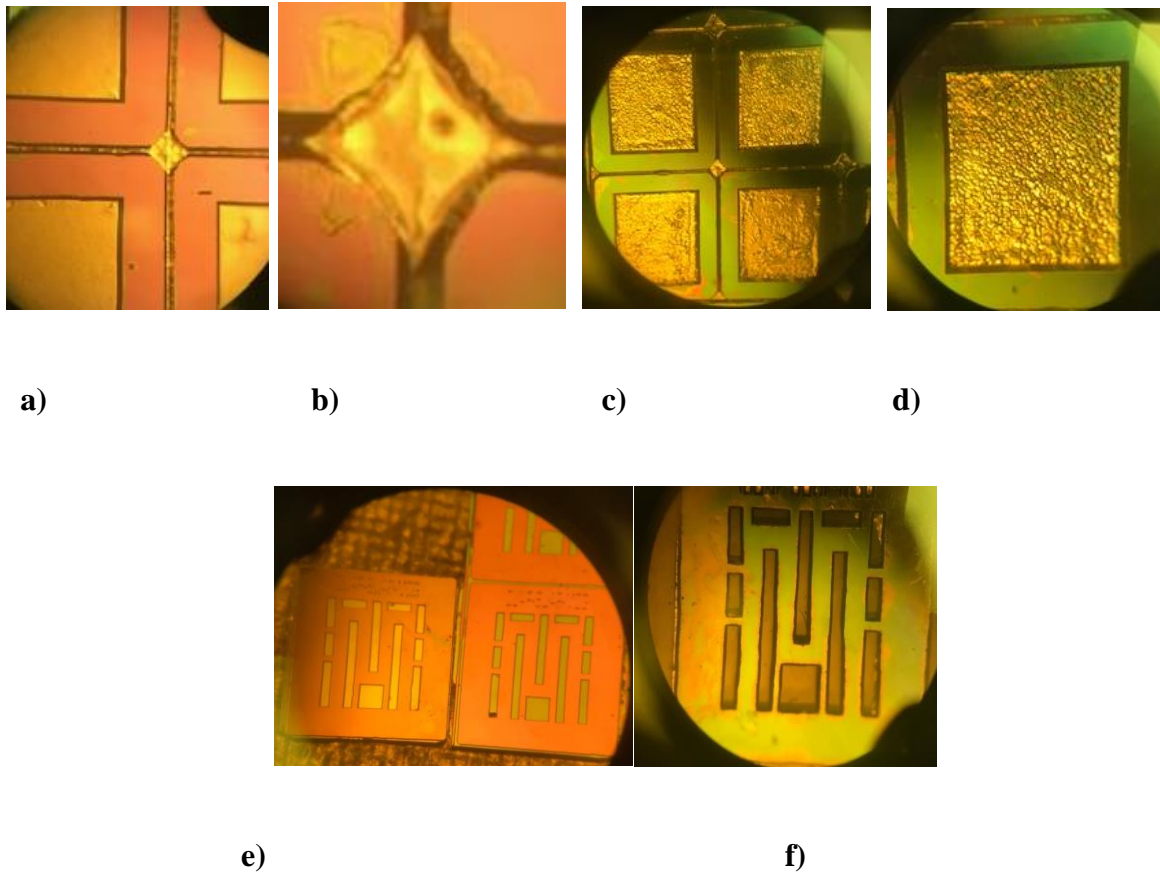


Figura 3. 4. Orientaciones cristalográficas de Si obtenidos con el método de micromaquinado empleando solución KOH.

3.4 ENCAPSULADO DEL SENSOR

Para realizar el encapsulado del sensor se emplearon placas de acrílico con dimensiones de 4x7 cm y un espesor de 4 mm, las cuales son sobrepuestas y fijadas a través de 4 tornillos en los

vertices de las mismas (Figura 3.5a), el sensor de alambre caliente se colocó en la placa inferior (cara A) en un cavidad 5.6 por 6.2 mm y 300 micrometros de profundidad, posteriormente recubierta con la otra placa (cara B) en la que se realizó la una cavidad de 7 cm por 4 mm y una profundidad de 300 micrometros para el paso del fluido (Figura 3.5c.). En la figura 3.5d se muestra el sensor encapsulado y con los contactos colocados a través de la placa superior (cara B).

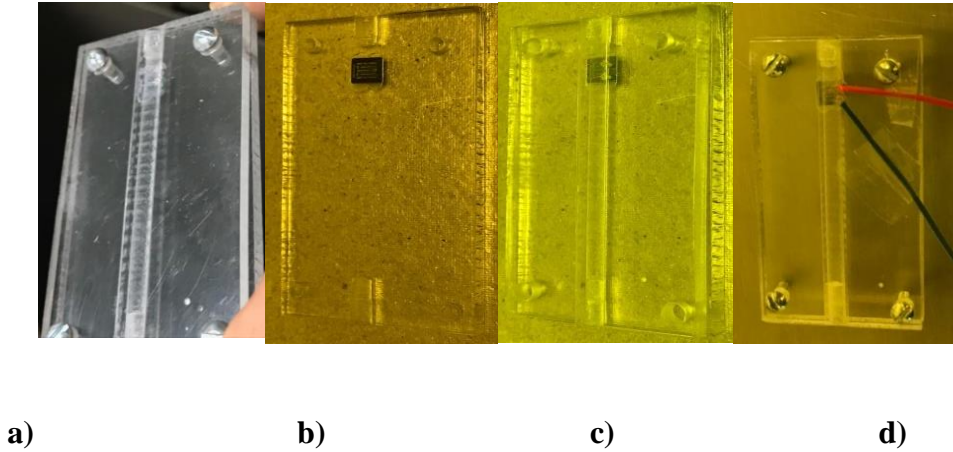
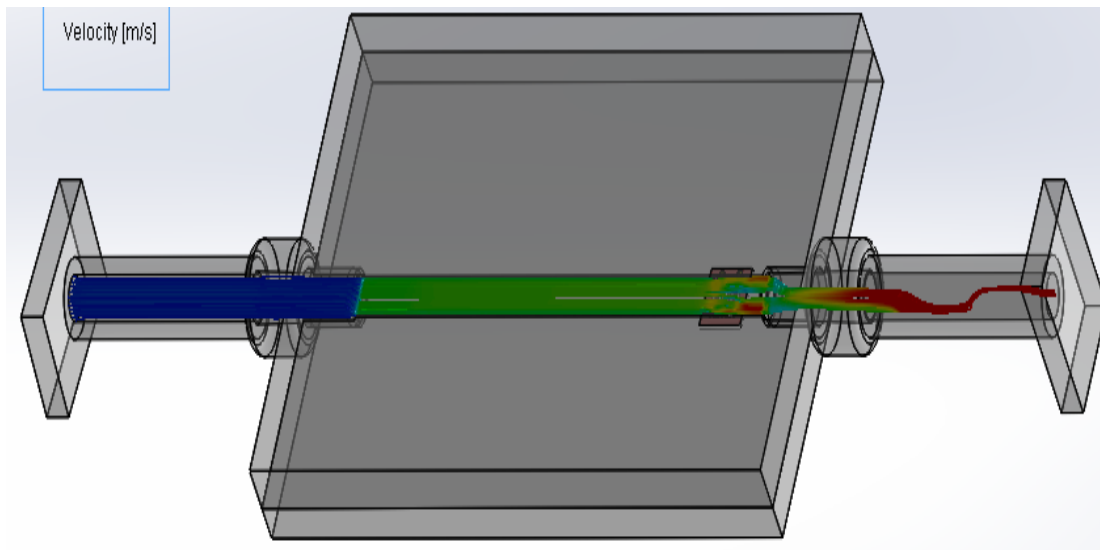


Figura 3. 5. Proceso de encapsulado para el sensor de microfluidos.



3.5 RESISTENCIA OBTENIDA

La linealidad del sensor se realizó a través de la caracterización eléctrica empleando el método de fuente medición para la medición de la resistencia. En la figura 3.6 podemos observar que a diferentes corrientes se obtiene una linealidad en la resistencia lo que demuestra que los

contactos empleados son de tipo óhmico. Las mediciones realizadas consistieron en la obtención de los niveles de voltaje en distintas repeticiones bajo las mismas condiciones, esto para dar mayor certeza a las mediciones realizadas.

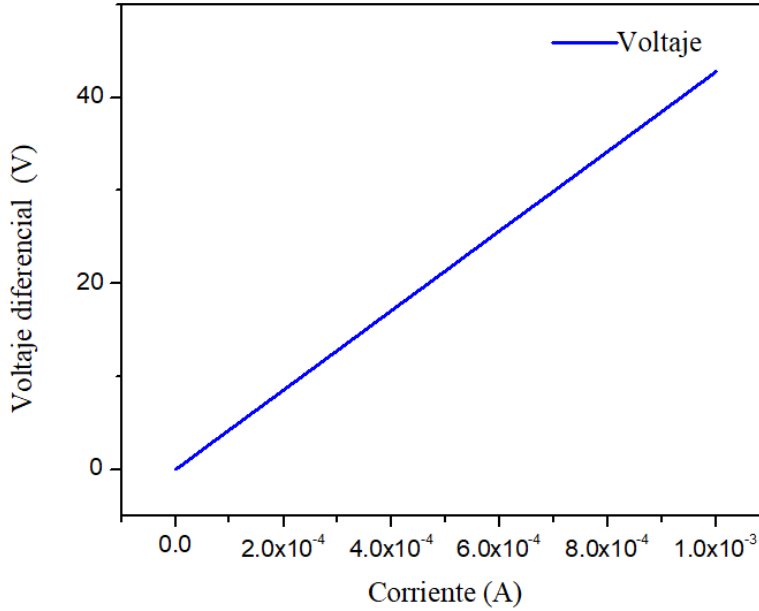


Figura 3. 6. Resistencia del sensor a diferentes valores de corriente.

En la tabla 3.2 muestra el valor de la resistencia por medio de la ley de ohms de 42.74kΩ, demostrando que los contactos son de tipo óhmico.

Tabla 3. 2. Valor de la pendiente en la medición de voltaje con diferentes valores de corriente.

		Valor	Error standar
V	intersección	0	5.79213E-17
A	pendiente	42740	1.31529E-13

3.6 RESPUESTA DEL SENSOR

Para el análisis de la variación de flujo en el sensor se realizaron una serie de pruebas en las que la señal de entrada (aire) varía con respecto al tiempo, buscando el punto donde se obtiene mejor respuesta al flujo y sensibilidad por parte del sensor. La figura 3.7 muestra el sistema de medición empleado para el sensor de microfluidos. Por otro lado, la tabla**** muestra los valores obtenidos para la resistencia, resistividad, conductividad, movilidad de portadores, la movilidad y los portadores; observando que una vez que se da el paso de microfluído se tiene un aumento en la conductividad atribuido al aumento en la movilidad de portadores, por consecuencia la respuesta al paso del microfluído incrementa teniendo un aumento de la sensibilidad.

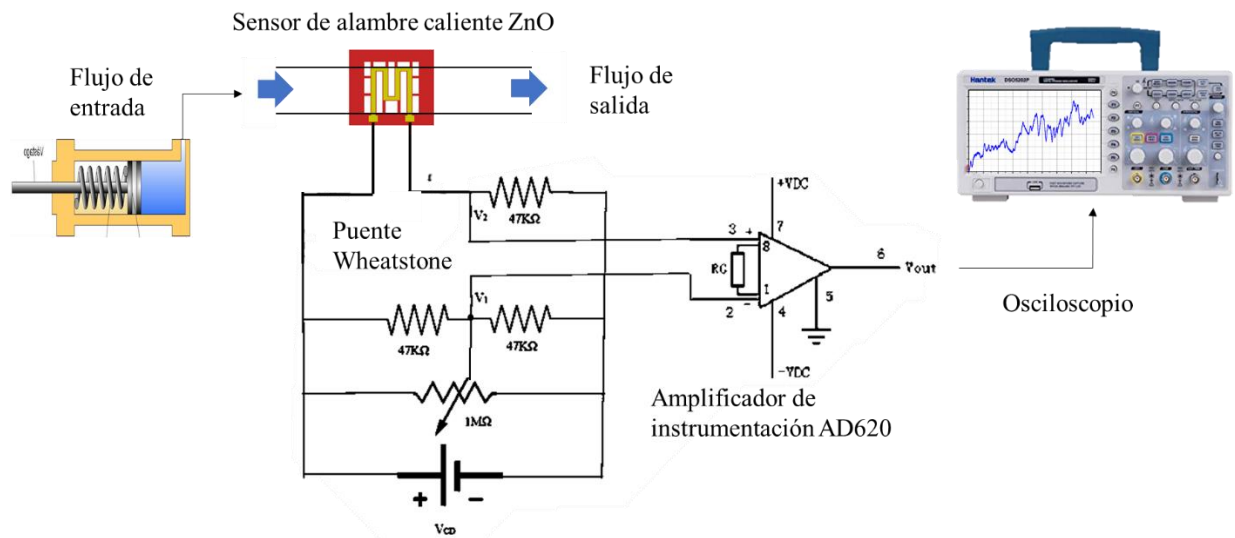


Figura 3. 7. Sistema de microfluidos.

Tabla En la siguiente tabla se muestra variación de los parámetros del sensor en función del paso de microfluído.

	Resistencia $R(K\Omega)$	Resistividad $(\rho) \Omega -cm$	Conductividad $(\sigma) s/cm$	Movilidad de portadores μnn	movilidad $(\mu)****$	Portadores $(n)****$

sin paso de flujo	42.74	0.034	29.24	1.80×10^{20}	8.4	2.15×10^{19}
Con paso de flujo	37.36	0.029	33.45	2.15×10^{20}	10	2.15×10^{19}

En la gráfica 3.8 se observa en color azul la respuesta de un impulso abrupto de 5ml de aire en $319.3 \mu\text{s}$ introducido al sistema de microfluidos, el voltaje diferencial (ΔV) es de 125.84 mV, el cual nos indica que la respuesta es mayor en comparación de un flujo constante, también se observa una línea de color rojo lo cual es la amplificación de 10 veces la respuesta del impulso dando un voltaje diferencial de 1.2584 V.

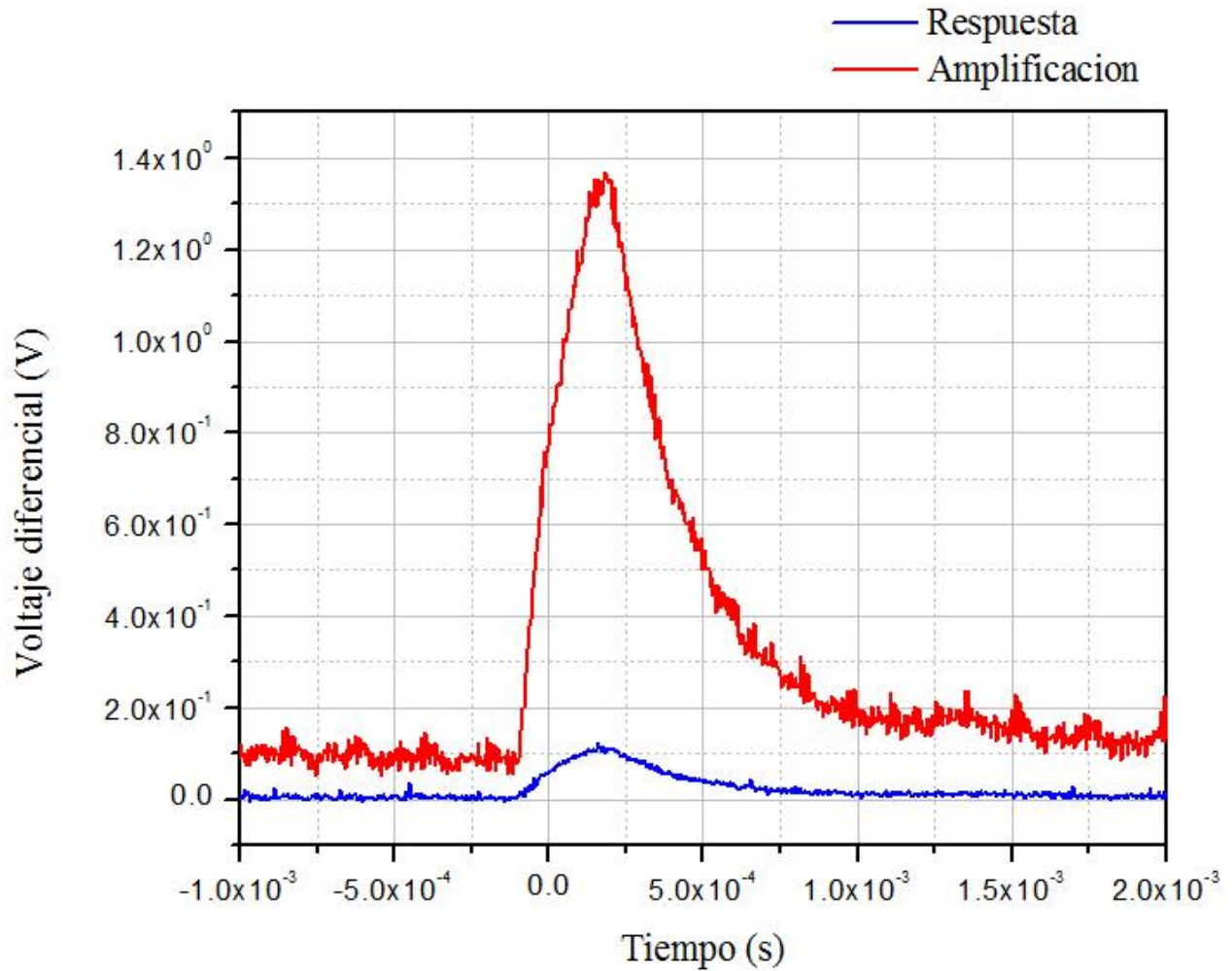


Figura 3. 8. línea azul respuesta al impulso abrupto de 5ml en $319.3\mu\text{s}$ alcanzando una velocidad de 15.65 LPM la línea roja indica la respuesta amplificada 10 veces.

En la figura 3.9 se observa una amplificación de la respuesta del impulso y la línea de color rojo la pendiente de la respuesta del impulso en la cual nos indica la respuesta en la que se enfría el alambre caliente que es 394.11683 V/s con una velocidad de 15.65LPM.

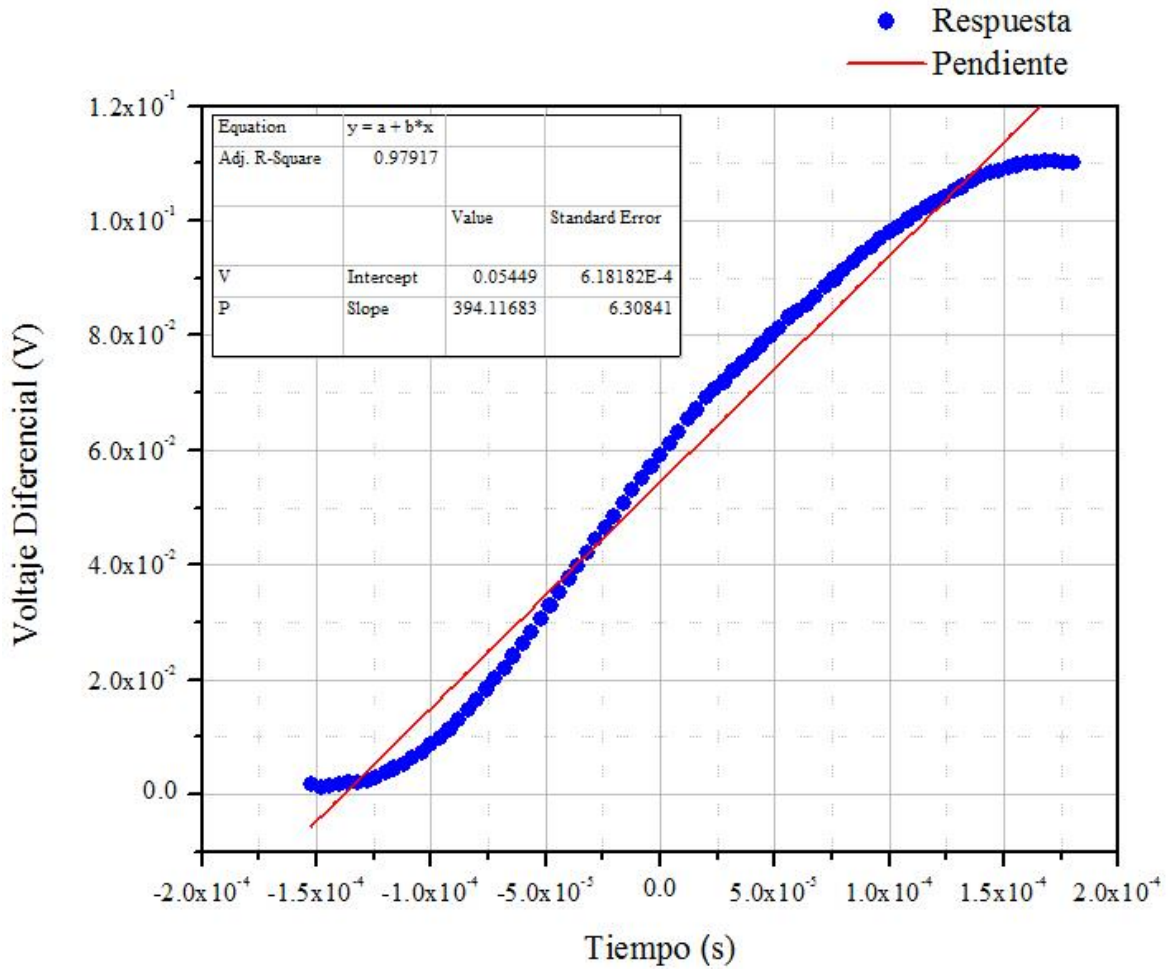


Figura 3. 9. Respuesta de un impulso de 5ml de aire en el sistema de microfluidos.

En la tabla 3.3 muestra la pendiente del impulso de 5mLPM es de 394mV/s lo que indica una alta respuesta de sensibilidad del sensor.

Tabla 3. 3. Valor de la pendiente de la respuesta de impulso abrupto.

		Valor	Error standard
V	intercepción	0.05449	6.18182E-4
P	pendiente	394.11683	6.30841

En la figura 3.10 se muestra el sistema de microfluidos con el motor de diafragma en la que se realizan diferentes parámetros referentes al sensor de microfluidos de alambre caliente. Para ello se realizaron gran cantidad de pruebas en la que la señal de entrada (Aire) varia en el tiempo.

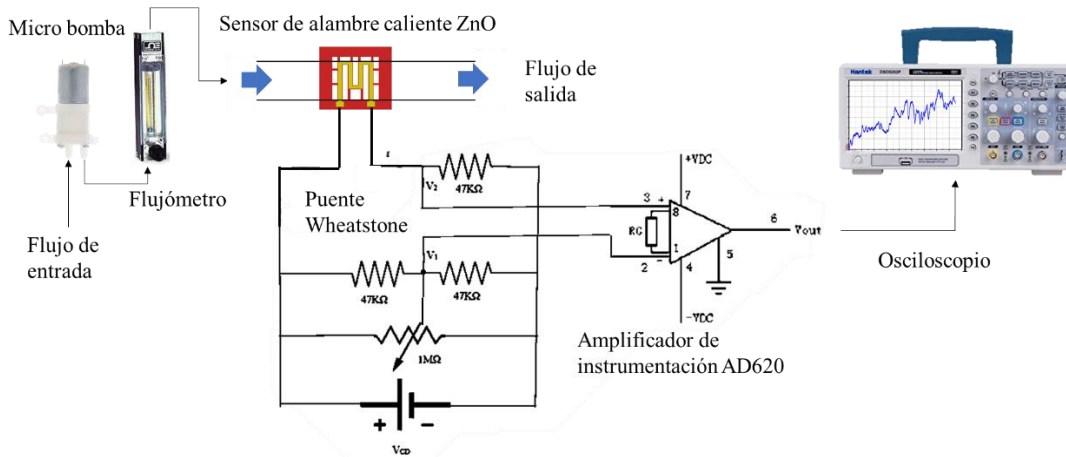


Figura 3. 10. Motor de diafragma con el sistema de microfluidos.

En la gráfica 3.11 se muestra la respuesta de flujo de 0 a 4.8mLPM (0 a 50cc) con un motor de diafragma, en la cual se muestra una variación de voltaje conforme aumenta el flujo comenzando de 0mV hasta llegar 22.87 mV. Esta variación indica que el alambre cambia su gradiente de temperatura con el aumento de flujo y por consecuente el voltaje, las vibraciones que se observan son alteraciones causados por el motor de diafragma que realiza pequeñas pulsaciones al momento de aumentar el flujo de aire lo que interacciona con la señal (ruido) en la gráfica 3.12 se muestra la amplificación del paso de fluido para que sea detectado de 1.1435 V. la gráfica 3.13 se muestra la respuesta que obtiene a la disminución de temperatura y resistencia.

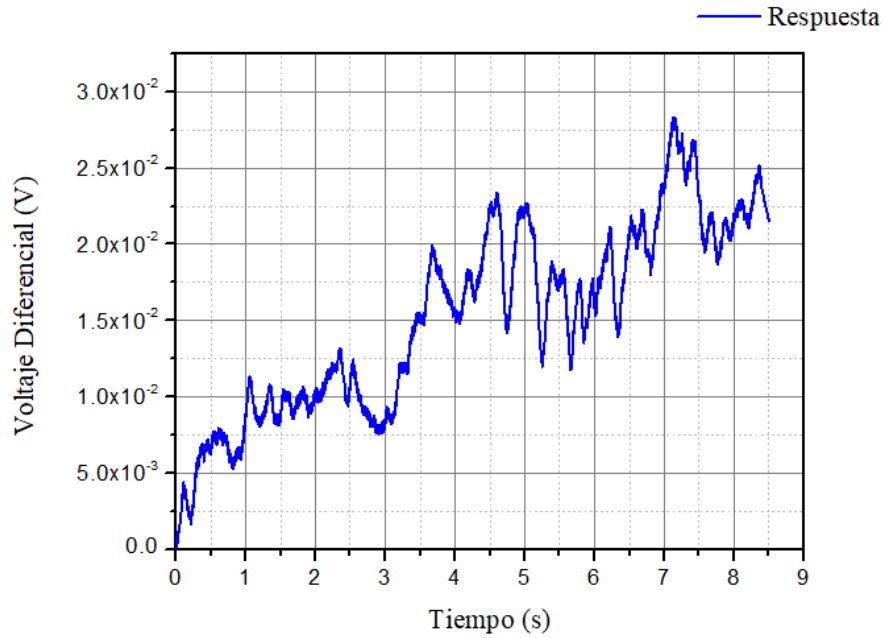


Figura 3. 11. Respuesta de paso de fluido de 0 a 4.8mLPM en 8.5 segundos. Variación del paso de fluido de con un voltaje diferencial 22.87 mV.

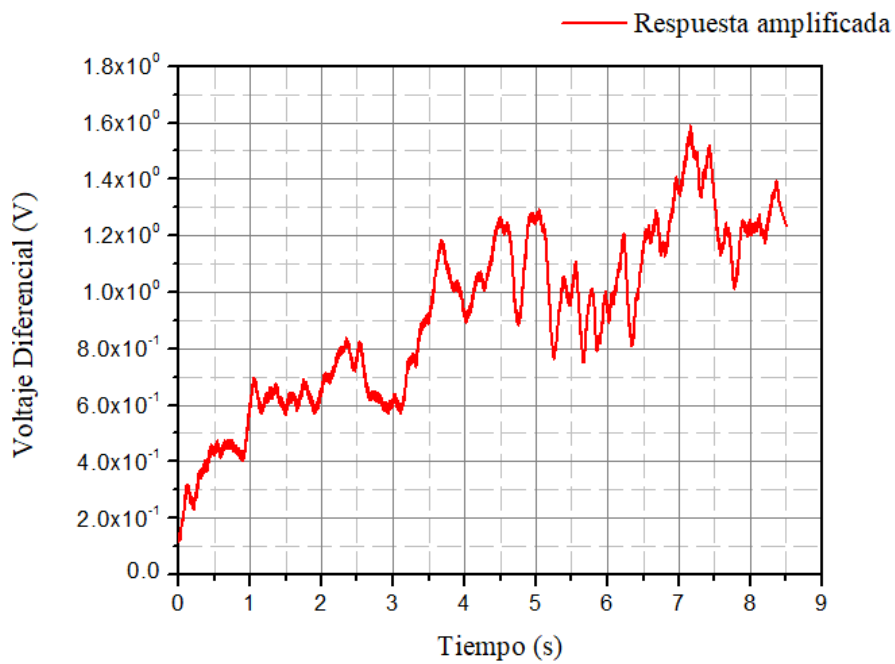


Figura 3. 12. Muestra la respuesta amplificada del flujo de 0 a 4.8ml/min con un voltaje diferencial de 1.24 Volts.

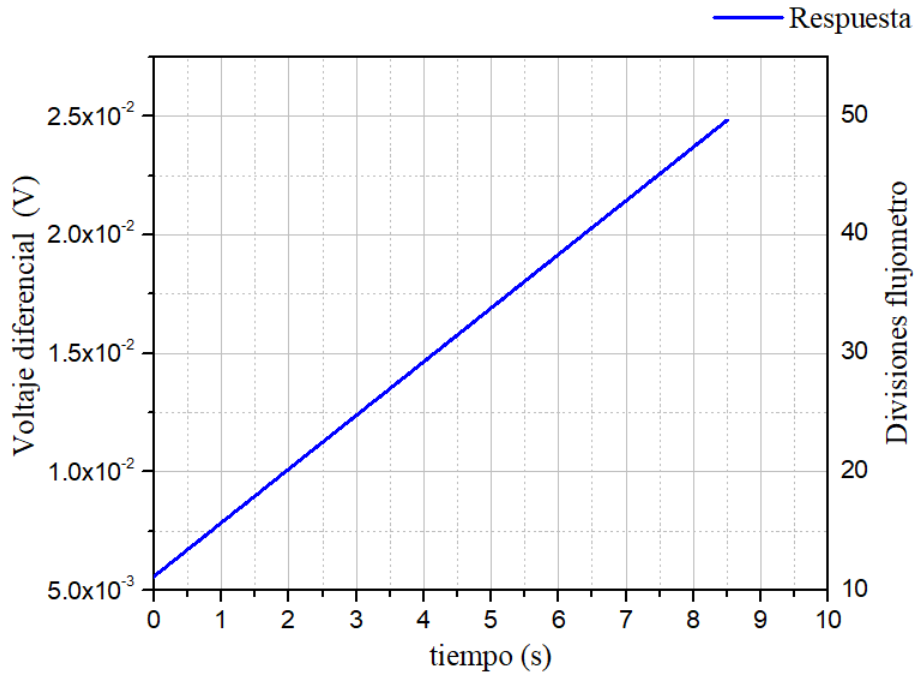


Figura 3. 13. Muestra la pendiente que se obtiene al paso de flujo de 0 a 4.8mLPM.

Con el fin de detectar la mínima respuesta para el sensor de alambre caliente se propuso estudiar en un intervalo de flujo de aire, que va desde 50 mLPM hasta un flujo de aire mínimo detectado por el sensor.

En la gráfica 3.14 muestra la respuesta de un flujo de 4.8mLPM(50cc) que detecta el sensor de alambre caliente, en lo que se puede observar como el flujo es constante en los primeros 5 segundos, el alambre de ZnO mantiene una temperatura constante, al interrumpir el paso de flujo se observa la razón de cambio de flujo lo que provoca un calentamiento del alambre con la variación de voltaje diferencial de 22.87 mV. En la figura 3.15 muestra la amplificación de 50 veces el valor original. En la figura 3.16 se observa una pendiente de 64.26mV/s, si indicamos que deja de pasar 4.8mLPM en 355.9ms, la velocidad de calentamiento del alambre caliente es de 13.48mLPM, la variación de resistencia es de 134.47Ω.

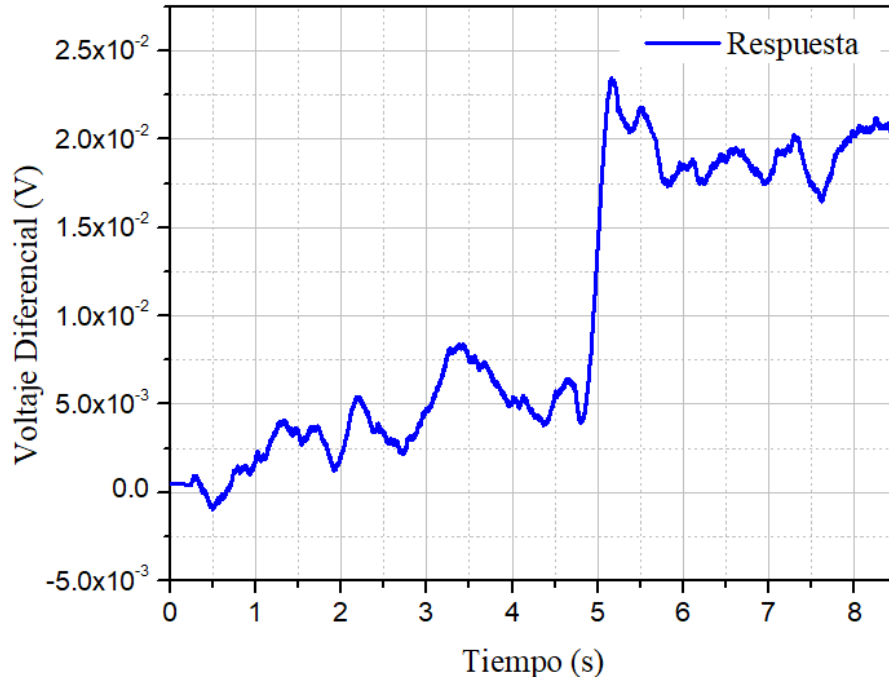


Figura 3. 14. Razón de cambio de 22.87mV con una sensibilidad de 64.26mV/s

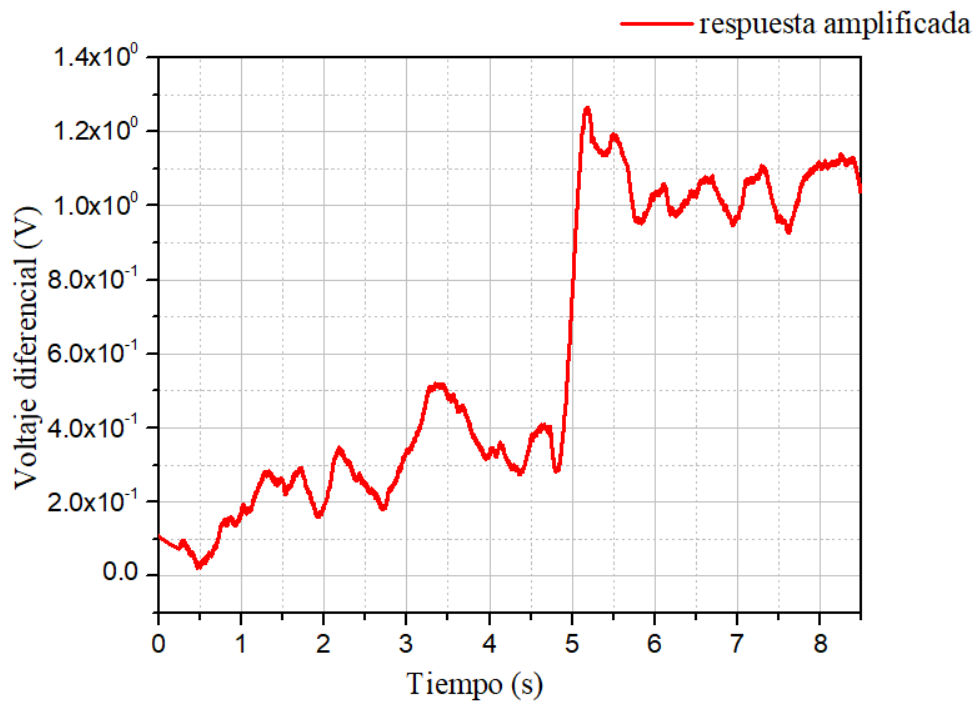


Figura 3. 15. Amplificación de 50 veces el valor original dando un voltaje diferencial de 1.1435 V.

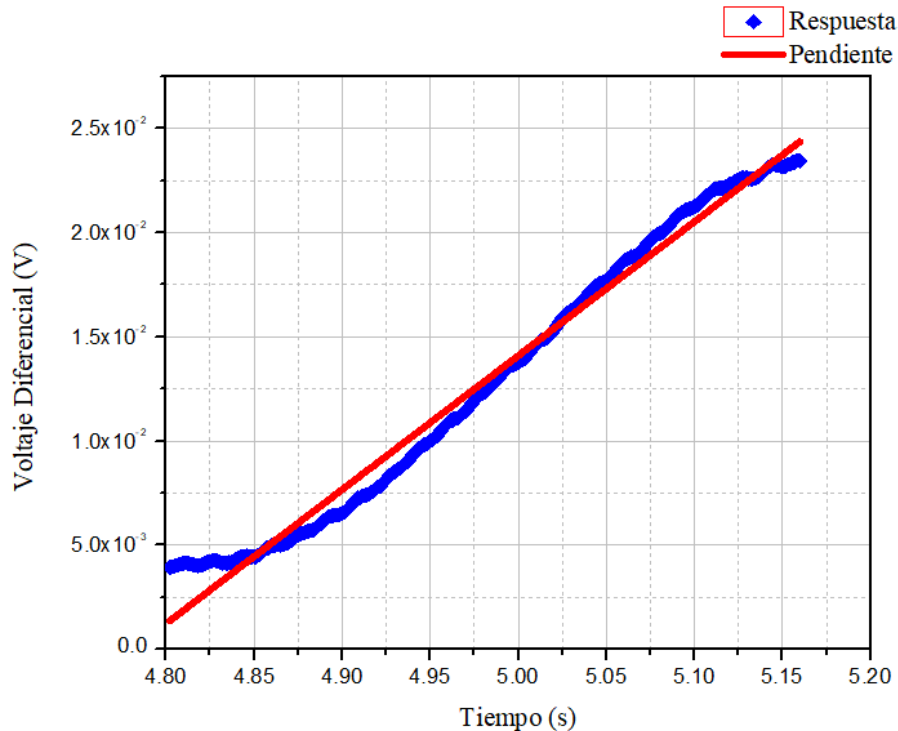


Figura 3. 16. Pendiente de 64.26mV/s.

En la gráfica 3.17 muestra la respuesta de un flujo de 1.92mLPM(20cc) que detecta el sensor de alambre caliente, en lo que se puede observar como el flujo es constante en los primeros 2 segundos, el alambre de ZnO mantiene una temperatura constante, al interrumpir el paso de flujo se observa la razón de cambio de flujo lo que provoca un calentamiento del alambre con una variación de voltaje diferencial de 5 mV. En la figura 3.18 muestra la amplificación de 50 veces el valor original. En la figura 3.19 se observa una pendiente de 14.05mV/s, si indicamos que deja de pasar 1.92mLPM en 500ms, la sensibilidad de calentamiento del alambre caliente es de 3.84mLPM, la variación de resistencia es de 45.728Ω.

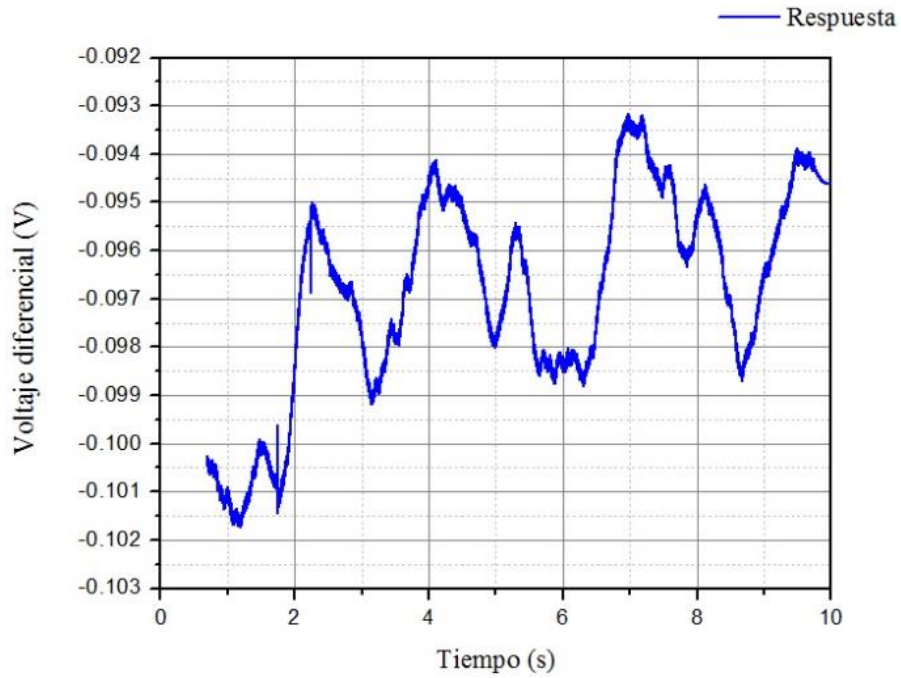


Figura 3. 17. Respuesta del sensor en un flujo a 1.92ml/min. razón de cambio de 5mV con una sensibilidad de 64.26mV/s.

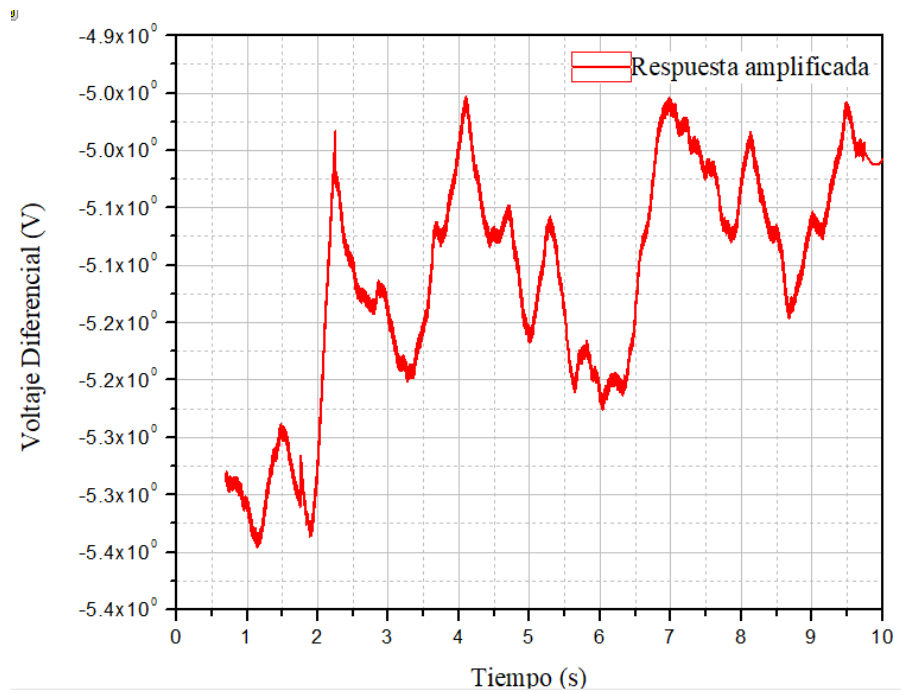


Figura 3. 18. Amplificación de 50 veces el valor original dando un voltaje diferencial de 250 mV.

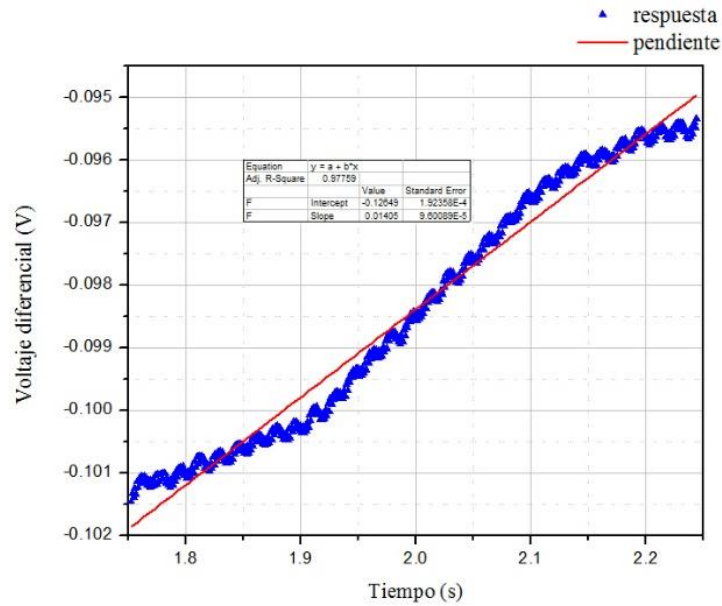


Figura 3. 19. Muestra una pendiente de 14.05mV/s.

Se realizo una comparación entre el impulso de flujo de 5 mLPM, el flujo constante de 4.8mLPM y el flujo constante de 1.92mLPM, se puede apreciar en la gráfica 3.5, las pendientes muestran una diferencia significativa entre los mismos, lo que indica que el sensor de alambre caliente logra detectar un rango de flujo significativo desde microlitros hasta mililitros.

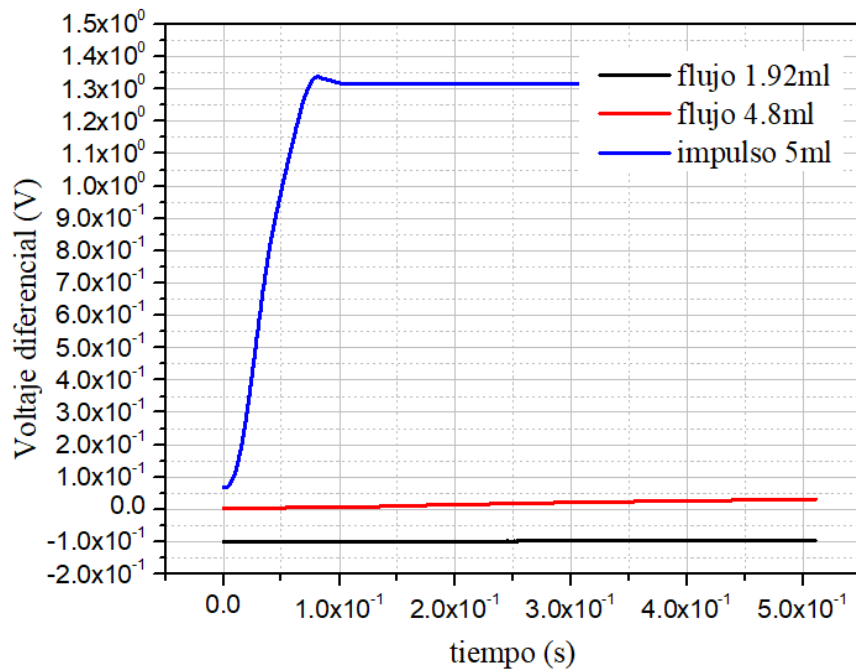


Figura 3. 20. Comparación de la sensibilidad de fluido que pasa a través del sensor de alambre caliente.

Tabla 3. 4. Se muestran los resultados obtenidos del sensor de alambre caliente.

Resolución	Impulso 5 ml	Flujo 4.8mLPM a 0	Flujo 1.92mLPM a 0
Voltaje diferencial	125.84 mV	22.87 mV	5mV
Tiempo	319.3 μ s	355.9ms	500ms
Razón de cambio (velocidad)	15.65LPS	13.48mLPS	3.84mLPS
Respuesta en voltaje	394.11mV/s	64.26mV/s	14.05mV/s
Número de Reynolds	461.31	2.45	0.942
Variación de Resistencia	5.38k Ω	134.47 Ω	45.73 Ω
Variación de Flujo	5ml	28.47 μ l	16 μ l

CAPITULO IV: CONCLUSIONES

El proceso de fabricación empleado permite obtener dispositivos funcionales, aunque no se cuente con equipos ni instalaciones de primer nivel.

El uso de sensores de microfluidos de alambre caliente es una buena alternativa para la medición de diferentes flujos, cualquier cambio de temperatura causa un cambio en la resistencia y por consiguiente en su voltaje diferencial.

Al emplear el SiO_2 presente en las muestras fue posible aislar eléctricamente los semiconductores Si y ZnO; así mismo, al realizar el micromaquinado al Si, nos fue posible aislar térmicamente el ZnO obteniendo mayor precisión en las mediciones al paso del fluido.

El no contar con un control estricto en el proceso de fabricación, nos obliga a realizar pruebas a cada una de las etapas logrando determinar la forma más eficaz de fabricar el dispositivo.

El método de síntesis de ZnO empleado es sencillo, permite obtener resultados confiables y reproducibles.

Las propiedades eléctricas del sensor de alambre caliente mostraron tener una resistencia sensor al flujo de aire.

Aunque el sensor se alambre caliente con ZnO tuvo una detección relativamente buena con una variación de flujo de $32\mu\text{l/s}$, los sensores de flujo con conductores son aún más eficientes con la razón de cambio llegando a detectar hasta 1nl/min .

La respuesta mínima detectada por el sensor fue de $16\mu\text{l}$, al acoplarle un sistema de filtros, lograríamos obtener una respuesta de mayor resolución y la eficiencia aumentaría consideradamente.

REFERENCIAS

- [1] S. Alcántara and B. Susana Soto, "Películas de ZnO piezoeléctricas depositadas por Spray Pirolisis US," *Superf. y Vacío*, vol. 21, no. 4, pp. 6–9, 2008.
- [2] S. M. Electro-mec, "Introducción," pp. 1–7.
- [3] E. Thrush *et al.*, "Monolithically integrated semiconductor fluorescence sensor for microfluidic applications," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 105, no. 2, pp. 393–399, 2005.
- [4] A. C. Fernandes, D. Semenova, P. Panjan, A. M. Sesay, K. V. Gernaey, and U. Krühne, "Multi-function microfluidic platform for sensor integration," *N. Biotechnol.*, vol. 47, no. March, pp. 8–17, 2018.
- [5] A. Universitaria, S. N. S. Miguel, and M. Teórico, "Transductor De Flujo De Gases Basado En Hilo Caliente Con Aleación Niquel - Titanio," vol. 5, no. 4, 2001.
- [6] "capitulo-2-fundamentos-de-los-microprocesos." .
- [7] C. N. Mundo, "Crean un laboratorio a la escala de un chip," pp. 3–5, 2019.
- [8] M. Cúpich Rodríguez and F. J. Garza Elizondo, "Actuadores Electricos," vol. III, no. 6, pp. 22–28, 2000.
- [9] O. Lupan *et al.*, "Synthesis of nanostructured Al-doped zinc oxide films on Si for solar cells applications," *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, vol. 93, no. 8, pp. 1417–1422, 2009.
- [10] L. Plaisirs and D. Les Éléments, "Los elementos.," *Lloydia (Cincinnati)*, no. c, pp. 2009–2009, 2009.
- [11] J. Villamarin, "Extracción de Silicio para la elaboración de circuitos." .
- [12] "Silicon and Germanium." [Online]. Available: <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/Solids/sili2.html>. [Accessed: 02-Oct-2019].
- [13] M. Fukuta, M. Nishioka, and H. Suzuki, "Development of ultra precision machining with high positioning resolution," *Proc. 21st Annu. ASPE Meet. ASPE 2006*, 2006.
- [14] A. Desde, E. Zno, E. Zno, I. T. Oxide, and L. Transistores, "Capítulo 1 introducción 1.1," pp. 1–5.
- [15] "PELÍCULAS DELGADAS DE ZnO IMPURIFICADAS CON ALUMINIO Y FLÚOR PREPARADAS POR SOL-GEL," *Av. en Ciencias e Ing.*, vol. 3, no. 2, pp. 87–96, 2012.
- [16] D. En, C. Qu, and F. Fern, "Influencia De Las Fases Secundarias En La Microestructura Y Propiedades , En Materiales," 2009.
- [17] A. Guillén-santiago, M. D. L. Olvera, and A. Maldonado, "Películas delgadas de ZnO:F depositadas por rocío químico: efecto de la temperatura de sustrato sobre las propiedades físicas," *Superf. y vacío*, no. 13, pp. 77–79, 2001.
- [18] E. Nieto, P. Durán, C. Moure, and J. Fernández, "Películas delgadas: fabricación y aplicaciones.," *Boletín la Soc. Española Cerámica y Vidr.*, vol. 33, no. 5, pp. 245–258, 1994.
- [19] M. Gutiérrez and S. Iturralde, *Fundamentos Basicos De Instrumentacion y Control*. 2017.
- [20] D. En and C. En, "sistemas micro-electromecánicos (MEMS) genérico y," 2016.

- [21] M. Angel and R. Pozueta, "AISLANTES Y CONDUCTORES UTILIZADOS EN LAS MÁQUINAS ELÉCTRICAS UNIVERSIDAD DE CANTABRIA DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA ELÉCTRICA Y ENERGÉTICA."
- [22] "Caracterización de las propiedades electrónicas de un semiconductor."
- [23] manuel vasquez, "MODULO 3 Electricidad básica MODULO 3 Electricidad básica." .
- [24] "Capítulo 3 : Fotolitografía."